

# TREATING AGENT FOR MAGNETIC STOCK, MAGNETIC MEMBER WITH COATING FILM AND PRODUCING METHOD THEREFOR

Publication number: JP2001172782

Publication date: 2001-06-26

Inventor: UCHIGAKI TOMOYOSHI; ITO HISAKUNI

Applicant: ISHIZUKA GLASS; DAIDO ELECTRONICS CO LTD

Classification:

- international: B05D5/12; C09D5/08; C09D201/00; C23C18/12; C23F11/00; H01F1/08; H01F41/02; B05D5/12; C09D5/08; C09D201/00; C23C18/00; C23F11/00; H01F1/032; H01F41/02; (IPC1-7): C23F11/00; B05D5/12; C09D201/00; C23C18/12; H01F1/08

- European: H01F41/02B2

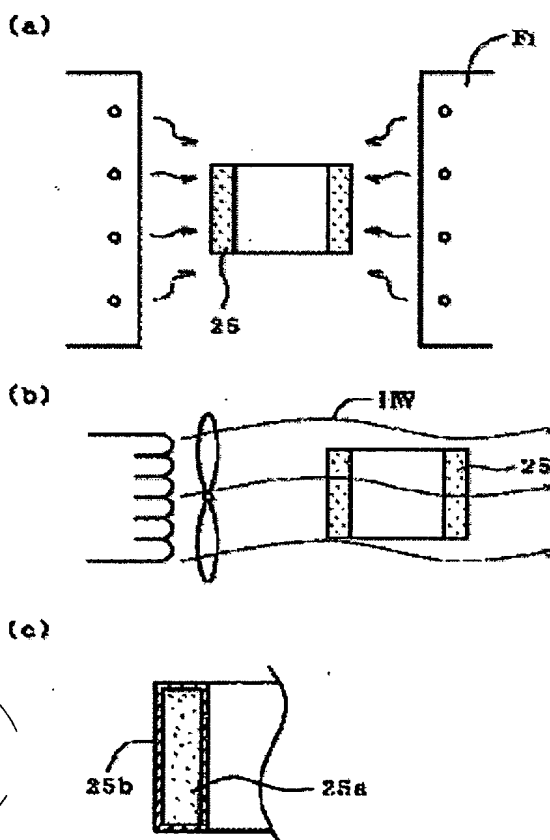
Application number: JP19990358131 19991216

Priority number(s): JP19990358131 19991216

Report a data error here

## Abstract of JP2001172782

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To produce a treating agent which realizes the sufficient improvement of performance such as imparting corrosion resistance even in the case of a thin film in a metallic magnetic stock such as a ferrous rare earth magnet and moreover which is easily coated. **SOLUTION:** A treating agent for a magnetic stock composed of a metallic alkoxide-containing solution is applied to a metallic magnetic stock such as a bond magnet 21 to deposit a coating film. This coating film is formed into a kind of organic-inorganic hybrid film in which organic components derived from alkoxide are complexed with metallic oxide, then, even in the case of a thin film, good corrosion resistance can be imparted thereto, furthermore, by the incorporation of the organic components, e.g. the affinity with resin components in the bond magnet is increased, so that the adhesion of the film can be improved.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] It is used in a form applied to the surface of a metal system magnetic material which an element with the highest content of a magnetic phase is Fe, and contains rare earth, A processing agent for magnetic materials constituting as a metal alkoxide content solution which made an organic solvent distribute an ingredient containing an alkoxide (henceforth a metal alkoxide) of a metal system element.

[Claim 2] The processing agent for magnetic materials according to claim 1 what [ whose ] has the highest weight content is permanent magnet materials which are either Nd, Pr and Sm among rare earth elements containing a metal system magnetic material used as a processing object.

[Claim 3] The processing agent for magnetic materials according to claim 1 or 2 used for the purpose of improvement in corrosion resistance of said metal system magnetic material.

[Claim 4] As for said metal system element contained in said metal alkoxide, claims 1 thru/or 3 which are what uses as the main ingredients one sort chosen from Si, B, aluminum, Mg, Ti, and Zr or two sorts or more are the processing agents for magnetic materials of a statement either.

[Claim 5] The processing agent for magnetic materials according to any one of claims 1 to 4 which said metal system magnetic material is a bond magnet member which carried out resin bond of the metal system permanent magnet powder, and is used for the improvement in corrosion resistance applying to the surface of this bond magnet member.

[Claim 6] The processing agent for magnetic materials according to claim 5 by which a fluorine component is contained at least in said metal alkoxide.

[Claim 7] The processing agent for magnetic materials according to claim 5 or 6 by which a charge of a repellent containing fluoride is included at least in said metal alkoxide content solution.

JP,2001-172782,A [CLAIMS]

[Claim 8]The processing agent for magnetic materials according to any one of claims 1 to 7 which one sort or two sorts or more of resinous principles chosen as said metal alkoxide content solution from PVA, styrene resin, silicone resin, an epoxy resin, urethane resin, and an acrylic resin contain.

[Claim 9]The processing agent for magnetic materials according to claim 7 or 8 which said charge of a repellent and/or a resinous principle contain in the state where it was dissolved or colloid suspended, in said organic solvent.

[Claim 10]The processing agent for magnetic materials according to any one of claims 7 to 9 which said charge of a repellent and/or a resinous principle contain in the shape of impalpable powder.

[Claim 11]A magnetic member with a coating tunic which an element with the highest content of a magnetic phase is Fe, and is characterized by forming a coating tunic of the shape of amorphous [ containing a metal system element ingredient of a cation state, and oxygen and organic carbon of an anion state ] in the surface of a magnetic member containing rare earth.

[Claim 12]The magnetic member with a coating tunic according to claim 11 what [ whose ] has the highest weight content is a permanent magnet member which are either Nd, Pr and Sm among rare earth elements which contain said magnetic member in said magnetic phase.

[Claim 13]The magnetic member with a coating tunic according to claim 11 or 12 which is a bond magnet member to which said permanent magnet member carried out resin bond of the metal system permanent magnet powder.

[Claim 14]The magnetic member with a coating tunic according to any one of claims 11 to 13 which is what uses as the main ingredients one sort as which a metallic element component of said cation state is chosen from Si, B, aluminum, Mg, Ti, and Zr, or two sorts or more.

[Claim 15]The magnetic member with a coating tunic according to any one of claims 11 to 14 which is a corrosion prevention tunic [ as opposed to said magnetic member in said coating tunic ].

[Claim 16]A charge of a repellent and/or PVA which contain fluoride in said coating tunic, The magnetic member with a coating tunic according to any one of claims 11 to 15 in which one sort or two sorts or more of resinous principles chosen from styrene resin, silicone resin, an epoxy resin, urethane resin, and an acrylic resin exist by a distributed form.

[Claim 17]A manufacturing method of a magnetic member with a coating tunic which an element with the highest content of a magnetic phase is Fe, and is characterized by forming a coating tunic in the surface of a magnetic member containing rare earth by applying and drying the processing agent for magnetic materials according to any one of claims 1 to 10.

[Claim 18]A manufacturing method of the magnetic member with a coating tunic according to claim 17 which forms said coating tunic by a sol gel process.

JP,2001-172782,A [CLAIMS]

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to a processing agent for magnetic materials, a magnetic member with a coating tunic, and a manufacturing method for the same.

[0002]

[Description of the Prior Art] A recent-years and Nd-Fe-B system magnet material or a Sm-Fe-N system magnet material, Highly efficient rare earth permanent magnet material which uses Fe as the main ingredients (it is hereafter called Fe system rare earth magnet material, and) the permanent magnet member constituted by it -- Fe system rare earth permanent magnet -- saying -- it is developed, and since especially a Nd-Fe-B system magnet material has outstanding magnetic properties, it is widely used for various electric appliances, the motor for cars, or the voice coil motor for computers. A Nd-Fe-B system magnet material is divided roughly into three kinds, a sintered magnet, a hot-working magnet, and a bond magnet (resin bond magnet), by the process. Among these, a bond magnet grinds the quenching thin band which carries out the alloy content of the specified quantity by combination / dissolution back, it makes carry out the rapid solidification of the molten metal by the single rolling method etc., and is obtained, makes raw material magnet powder, fabricates the powder with resin binders, such as an epoxy resin or Nylon, and uses it as the magnet of desired shape. The above-mentioned magnet powder has the fine crystal grain organization where the  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  type tetragonal intermetallic compound phase (henceforth 2-14-plane 1) which are main hard magnetic phases became below in the diameter of a single domain particle, and shows high coercive force in the state of powder. Unlike a sintered magnet and a cold workable magnet, by needlessness, dimensional accuracy is high and such a bond magnet almost excels [ processing / after shaping ] in shape flexibility, and moreover, since productivity is high, it is especially used for the ring magnet for size motors, etc. in large quantities. On the other hand,

since it is easy to decompose the Sm-Fe-N system compound phase which bears the magnetic leading role at an elevated temperature, a Sm-Fe-N system magnet material is in the situation of groping for the use as a bond magnet chiefly.

[0003]By the way, since the above Fe system rare earth magnet materials are using Fe as the main ingredients and also comparatively many activity rare earth elements are included chemically, under the environment which humidity and temperature specifically tend to go up depending on an operating environment, corrosion may pose a problem. Generally, in order to secure stable magnetic properties, Fe system rare earth magnet material, Presentation adjustment is carried out in many cases so that a rare earth component more superfluous than the stoichiometric ratio of the intermetallic compound (for example, it is the aforementioned 2-14-plane 1) which forms a magnetic phase may be contained, and the superfluous rare earth component serves as a rare earth rich phase, and serves as a form which forms polyphase structure with a magnetic phase. In such a case, the local cell reaction between unusual appearances is also related, and it can be said that corrosion is in the situation which advances easilier. use any -- if such corrosion advances, it not only leads to the performance degradation of electronic equipment itself, such as a motor which uses this Fe system rare earth permanent magnet as a magnetization medium, but it will become difficult to avoid having an adverse effect on a peripheral circuit etc. by scattering of a corrosion reaction thing.

[0004]Then, it has been common sense conventionally to give [ the above Fe system rare earth permanent magnets ] and use various corrosion prevention coating treatment, such as electropainting, dip coating (dip paint), spray painting, and a nickel plate.

[0005]  
[Problem(s) to be Solved by the Invention]However, the above conventional corrosion prevention coating has the following faults.

\*\* It is necessary to grasp a magnet member with a jig for energization within an electrodeposited tub, and a man day starts in electropainting. Electrodeposition coating does not adhere to the gripping position by the jig, but since it becomes a coating film defect and remains, corrosion advances easily from the defective part as it is. Although repairing a defective part by another coating is also performed, it cannot be overemphasized that decline in production efficiency becomes remarkable. The gripping position by a jig chooses the position which does not start the principal surface if possible so that appearance, dimensional accuracy, etc. of the principal surface (for example, a ring peripheral face is the principal surface in the ring magnet by which radial magnetization is carried out) of a finished product may not be spoiled, or the position in front of a principal surface edge, and grasping is performed. If a jig is equivalent to magnetic edge generally and easily (especially bond magnet), or it slides on the compound which constitutes a rare earth permanent magnet and it cannot grasp, a deficit, a crack, etc. will be produced by a shock and the yield will fall easily.

Furthermore, it is fatal to drop a magnet by failure of grasping. Waste liquid treatment is also troublesome.

\*\* while dip coating is simple -- liquid -- there is a fault which a defect tends to generate by the unevenness of the thickness by whom and contact of a member to be painted. Since adhesion of a paint is followed also on portions other than a member to be painted, as for a difficulty, there is much futility.

\*\* When performing complete paint, reversal of a member is required for spray painting, and there is a far inefficient fault rather than the two above-mentioned coating methods.

\*\* Also in which coating method of the above, thickness of a coat required in order to secure sufficient corrosion resistance must be thickened with not less than 30 micrometers. Generally, since it is nonmagnetic, the size of a magnetic gap may be unable to be small, or a coat may be unable to be adopted, when the demand to gap dimension accuracy is severe.

\*\* By the exposed portion of non-conducting resin, when trying to aim at application to a bond magnet, since plating current falls, a homogeneous plating film cannot form a nickel plate easily, and the plating film which can secure sufficient corrosion resistance has not realized it. Waste liquid treatment is troublesome.

[0006]The technical problem of this invention can realize performance improvement sufficient also with a thin film, for example, corrosion resistance grant, in Fe system rare earth permanent magnet etc., and, moreover, providing the easy processing agent for magnetic materials, and a magnetic member with a coating tunic and a manufacturing method for the same also has coating.

[0007]

[Means for Solving the Problem and its Function and Effect]In order to solve an aforementioned problem, a processing agent for magnetic materials of this invention, It is used in a form applied to the surface of a metal system magnetic material which an element with the highest content of a magnetic phase is Fe, and contains rare earth, It was constituted as a metal alkoxide content solution which made an organic solvent distribute an ingredient containing an alkoxide (Si and B are hereafter included in a concept of a metal system element in :, however this specification which are called a metal alkoxide) of a metal system element. A manufacturing method of a magnetic member with a coating tunic of this invention forms a coating tunic in the surface of a magnetic member which an element with the highest content of a magnetic phase is Fe, and contains rare earth by applying and drying the above-mentioned processing agent for magnetic materials.

[0008]As a metal system magnetic material which an element with the highest content of a magnetic phase is Fe, and contains rare earth, What has the highest weight content can mention permanent magnet materials which are either Nd, Pr and Sm among rare earth elements to contain, and, specifically, it is a Nd-Fe-B system magnet material (a bond magnet

or a sintered magnet: although Nd is a subject, a rare earth component). Or a part may be replaced by other rare earth elements, such as Dy and Pr, a Sm-Fe-N system magnet material (mainly bond magnet) can be illustrated. Except a permanent magnet material, a Tb-Fe system super magnetostriction material used for a sonicator or an actuator can be illustrated.

[0009]If the above processing agents for magnetic materials which consist of a metal alkoxide content solution are processed to this metal system magnetic material, A coating tunic of a constituent (organic-inorganic hybrid) which an organic component originating in a metallic oxide or an alkoxide composite-ized to this is formed in the magnetic material surface uniformly and simple. And these metallic oxides or a constituent can give a characteristic function to a magnetic material.

[0010]Since the above metal system magnetic materials moreover contain rare earth by using Fe as the main ingredients, they tend to receive corrosion, but specifically, the chemical stability of a metallic oxide contained on a coating tunic can give very good corrosion resistance and rust prevention to a magnetic material also with a thin film. Since electropainting, a nickel plate, etc. become less indispensable [ conditioning or grasping by an easy jig like electropainting ] since it differs and is not fundamentally accompanied by electrochemistry processing, and it does not energize even when using a jig temporarily, a simple thing is employable. As a result, processing can not only be simple, but a factor which a deficit etc. make a coating tunic produce can decrease substantially, and it can form a quality coating tunic very efficiently. The metal alkoxide content solution can adjust descriptions, such as the viscosity of liquid, and mobility, freely, without changing a lot a content ratio of a film formation ingredient contained by controlling advance of chemical reactions (for example, hydrolysis and a polycondensation reaction of an alkoxide), such as a sol gel reaction mentioned later. Therefore, since membranelle thickness can also form easily a coating tunic with coating weight of liquid to a magnetic material which is a processed member and by extension, easy film thickness adjusting, and small dispersion by adjustment of the shape of the acidity or alkalinity, For example, a size of a magnetic gap can be small, or also when a demand to gap dimension accuracy etc. is severe, it can respond enough.

[0011]Formation of the above-mentioned coating tunic can also give shock resistance and abrasion resistance to a magnetic material. Thereby, handling nature at the time of building a magnetic material (for example, bond magnet) after film formation into electronic equipment, such as a motor, can be improved. Water repellence originating in a composite-ized organic component can also give protection against dust/antifouling property to an effect which prevents thru/or controls contact with moisture in the magnetic material surface, and a magnetic material. Although it becomes possible to control formation of a core which advances corrosion reaction of a magnetic material by the antifouling operation, this brings about indirect improvement in corrosion resistance to a magnetic material. A malfunction etc. can be made



hard to also attain an effect of preventing contamination carrying in at the time of including a member which consists of this magnetic material by reducing adhesion of dust etc. in electronic equipment etc., for example, to produce in precision mechanical equipments for computers etc., etc.

[0012]A magnetic member with a coating tunic of this invention, It is a metal system element ingredient (however, in this specification.) of a cation state to the surface of a magnetic member which an element with the highest content of a magnetic phase is Fe, and contains rare earth. a concept of a metal system element -- Si and B -- including -- a coating tunic of the shape of amorphous [ containing oxygen and organic carbon of an anion state ] is formed [0013]The above-mentioned coating tunic can be formed with a treating solution which used a metal alkoxide of this invention, and it is surmised that it has organic-inorganic hybrid structure as above-mentioned. Since it is amorphous-like [ such an organic-inorganic hybrid structure ], it is difficult to identify correctly with an atom level, but. It is possible that structure in which organic molecules which constitute an organic component at least, and an inorganic atom group like a metallic oxide who has arisen by hydrolysis of an alkoxide became intricate is presented. In this case, even if it exists [ whether a metallic element component exists in a metal simple substance, and ], it is little, and most will exist in the state of the cation which participated in formation of an oxide etc. (state with a positive valence). Oxygen exists in the state of a state which oxidized metal, i.e., an anion. When a tunic is analyzed by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), in this specification, I think that an element in which a chemical shift is observed at a side which shows a positive valence exists in the state of a cation, and think on them that an element in which a chemical shift is observed at a side which shows a negative valence conversely exists in the state of an anion. "The shape of amorphous" means that it is in the state where a diffraction peak which a halo pattern was observed and reflected a specific crystal structure is not observed, when it analyzes by an X-ray diffractometer method. However, when inorganic matter of a crystalline substance or organic-materials particles are mixed intentionally or unescapable into a coating tunic, a diffraction peak from the particle removes. That is, a substrate which serves as a subject of a tunic should just be amorphous [-like ].

[0014]a carbon ingredient -- organicity -- it is thought that a molecular remains gestalt is presented, even if it exists [ whether what exists in the state of simple substances, such as amorphous carbon, graphite or a diamond, exists, and ], it comes out in very small quantities, and is, and it is thought that most exists in a form (organic carbon) in which a certain organic combination was formed. although a carbon atom's in this case existence gestalt is variously boiled according to that connection form and changes, it includes organic integrated states which originate, for example in chain formed parts of an alkoxide, such as  $\text{CH}_3^-$  or  $\text{CH}_2^-$ , not a little. It can check, when whether such an integrated state is included measures a

carbonaceous chemical shift in above XPS.

[0015] A metal system magnetic material can be used as a bond magnet member which carried out resin bond of the metal system permanent magnet powder, for example, and a processing agent of this invention can be used for the improvement in corrosion resistance, being able to apply to the surface of a bond magnet member. And in order to obtain a coating tunic, drying with heating is [ after applying a processing agent ] desirable.

[0016] Next, in a manufacturing method of a magnetic member with a coating tunic of this invention, the aforementioned treating solution for magnetic materials can be used as sol-like constituent liquid obtained by hydrolysis of a metal system alkoxide. That is, a coating tunic is formed by what is called a sol gel process. According to this, it is possible to form a coating tunic of uniform thickness very simple, and also when a processed magnetic material is powdered, it is possible to form uniform coating of thickness irrespective of particle diameter of each particle. In this case, a coating tunic turns into a gel composition tunic based on that sol-like constituent. An oxide of a metallic element and/or Si will contain in a sol-like constituent which was made to hydrolyze such an alkoxide and was prepared, and an organic matter (carbon ingredient) which originates in an alkoxide further will remain in it. Therefore, an oxide and an organic matter contain also in a gel composition based on that sol-like constituent, and this oxide gives high corrosion resistance to a processed member slack magnetic material. when it applies to especially a bond magnet with a residual organic matter, conformity (compatibility) with a resin part contained in a bond magnet improves, the adhesion of a tunic can be boiled markedly, and can be improved, and it becomes one factor which can give corrosion resistance sufficient also with a thin film as a result etc.

[0017] A metal alkoxide is expressed with general formula:  $M-(OR)_x$ , for example, and, in M, metal system ingredient and  $-(OR)_x$  expresses an alkoxide component. It is preferred to use metal in which an oxide formed on the surface of a magnetic material becomes stable as the metal system ingredient. As such a metal system element, what is chosen from one sort of a transition metal besides Si, B, aluminum, and Mg or two sorts or more is employable, for example. If a metal alkoxide containing such a metal system ingredient is used, corrosion resistance, rust prevention or shock resistance, and abrasion resistance of a magnetic material (magnetic member) will improve much more notably. Among these, in a viewpoint which raises corrosion resistance and rust prevention, a more desirable ingredient is a kind chosen from Si, B, aluminum, Mg, Ti, and Zr, or two sorts or more. Especially, Si is most excellent as an alkoxide component, if the stability of an oxide to generate, the stability of a sol-like constituent, etc. are taken into consideration. As an alkoxide using Si, a tetraethoxysilane ( $(OC_2H_5)_4$ ) etc. can be used, for example.

[0018] On the other hand, as an alkoxide component of a metal alkoxide, an organic alkoxide component expressed with general formula:  $-(OC_nH_m)_l$  can be used, for example. In this case,

it is good to replace by hydrogen (H) ingredient combined especially with carbon, and for a halogen ingredient, especially a fluorine component to contain. It is also possible to use what a fluorine component has combined with metal directly. Thus, if a fluorine component contains in a metal alkoxide, fluoride will be contained in a constituent composite-ized to a metallic oxide formed in the magnetic material (magnetic member) surface, and water repellence given to a magnetic material (magnetic member) will improve remarkably. As an organic alkoxide component expressed with the above-mentioned general formula, what comprises a hydrocarbon group of saturation of  $n=0-8$ ,  $m=1-20$ , and  $l=1-6$  and an unsaturation can be adopted, for example, and any may be sufficient as shape, such as a chain and annular. It is also possible for it not to be limited to the above-mentioned general formula in particular, either, and to use a hydroxyl group. In a metal alkoxide, functional groups, such as a methyl group, an ethyl group, a propyl group, a butyl group, a vinyl group, an acrylic group, a phenyl group, an isocyanate group, and an methacrylic group, may exist or two or more live together independently, and it is good also as an alkoxide of polyhydric alcohol. Namely, as for an atom and an atom group who are combined with a chain of an alkoxide, not only hydrogen but a halogen, above various functional groups, etc. may be contained.

[0019]In order to consider it as dispersion liquid having contained at least one or more kinds of above metal alkoxides, it is possible to use an alcohol system, an ether system, an ester system, a phenol system, etc. as an organic solvent, and it is good also as these mixed solvents. Since alcohol is a low-boiling point comparatively especially, a drying process is provided with an advantage which can be performed in a short time. As such alcohol, methanol, ethanol, propanol, butanol, etc. can be used, for example.

[0020]When making sol-like constituent liquid, it is preferred to carry out loadings of an alkoxide for loadings of a solvent to about 2 to 40% of the weight 25 to 98% of the weight. Since an alkoxide may become that it distributes and/or is hard to dissolve uniformly when loadings of a solvent are less than 25 % of the weight, a hydrolysis reaction of an alkoxide becomes difficult to occur and a gel composition may become unstable. When loadings of a solvent exceed 98 % of the weight, a case where a drying process which evaporates a solvent takes a long time is \*\*. On the other hand, when loadings of an alkoxide are less than 2 % of the weight, the corrosion resistance grant effect may fall, for example, and conformity to resinous principles, such as a bond magnet by an organic component of an alkoxide, may also fall. If loadings of an alkoxide exceed 40 % of the weight, dispersibility to a solvent of an alkoxide and/or solubility may fall, and a gel composition may become unstable.

[0021]It is also possible to include a charge of a repellent containing fluoride in a metal alkoxide content solution at least (naturally this charge of a repellent is incorporated into a coating tunic). Thus, if a processing agent for magnetic materials in which a charge of a repellent containing fluoride was included is processed to a magnetic material, it is possible to

reduce surface energy of this magnetic material remarkably, and to give high water repellence. Therefore, it becomes possible to reduce adhesion of moisture by dew condensation which can protect against dust to a magnetic material, and can give antifouling property, and can serve as a core of corrosion reaction, and dirt as much as possible, and the corrosion resistance of a magnetic material improves further. As a charge of a repellent containing fluoride, organic fluorine compounds, such as polytetrafluoroethylene and a fluoridation pitch (fluorination graphite), can be used, for example.

[0022]Although a charge of a repellent containing fluoride was added in a metal alkoxide content solution as a purpose of grants, such as water repellence, as mentioned above, other than this -- being also alike -- various thermoplastics or thermosetting resin (rubber or an elastomer is included above) -- one sort -- or two or more sorts also being able to add and, For example, a resinous principle chosen from one sort of PVA, styrene resin, silicone resin, an epoxy resin, urethane resin, and an acrylic resin or two sorts or more can be added (these are also incorporated into a coating tunic). It is possible to give high water repellence to a magnetic material like the above-mentioned charge of a repellent also in this case. Although a charge of these repellents and/or a resinous principle can be contained in a metal alkoxide content solution in solution states melted in a solvent, or a colloidal state, it is simple to contain an impalpable powder-like thing by a colloidal state especially. In that case, below submicron, for example, when being referred to as about 0.01-0.8 micrometer raises a charge of a repellent within the dispersibility of impalpable powder to a metal alkoxide content solution, and a tunic after processing, and/or the dispersibility of a resinous principle as for impalpable powder particle diameter, it is convenient.

[0023]Next, thickness of a coating tunic is preferably good to be referred to [ of 50 micrometers or less ] as 20 micrometers or less. When thickness exceeds 50 micrometers, relative content of a magnetic phase decreases and Magnetic properties, For example, when restrictions on a size -- cause a fall of a residual magnetic flux density (Br) and a maximum energy product ((BH) max) in the case of a \*\*\*\* magnet, or a size of a magnetic gap is restricted -- exist, there is a case where it becomes impossible to be unable to respond to this. It is, also when it becomes impossible to secure the shock resistance of the coating tunic itself, etc. The above-mentioned thickness can be taken as with a submicron size [ below 1 micrometer ] thickness depending on 10 micrometers or less and the purpose still more preferably. If the aforementioned sol gel process is adopted in order to form such a thin film, it is possible to form a tunic of homogeneity and thin thickness simple. However, when making improvement in corrosion resistance into a key objective, about at least 1 micrometer of thickness is good to be secured.

[0024]Viscosity of a metal alkoxide content solution which constitutes a treating solution for magnetic materials is good to carry out below  $10^3$  cps. Since it may become difficult to form a

uniform coating film if  $10^3$  cps is exceeded, and also thickness becomes thick too much, it may become difficult to form a coating film of thickness of 50 micrometers or less, for example. Therefore, it is good to choose a solvent suitably, for example, to use ethanol, propanol, butanol, etc. In this case, it is good to use as a solvent a thing which does not make a magnetic material complex-ize if possible. sol in case it is good to use about 0.01-1.0 mol/l and it immerses loadings to a solvent of a metal alkoxide -- it is good to set up temperature of liquid suitably in about room temperature -30 \*\*.

[0025]As for a hydrolysis catalyst in the above-mentioned sol gel process, although it is also possible to use which catalyst of acid or an alkali system, it is preferred to use especially an alkaline catalyst. Especially when using an acid system catalyst, what does not contain a chlorine component as much as possible is preferred, and can use an aqueous ammonia solution etc. as an alkaline catalyst. When a thing containing a chlorine component is used as an acid system catalyst, this chlorine component contained in a coating tunic promotes rapidly oxidation reaction of a magnetic material which makes Fe a subject. That is, in a coating film formed in a magnetic material, for example, a chlorine component does not exist if possible, it is good to use less than 0.1wt% and desirable infinite content near zero at least. When it raises character, such as the above corrosion resistance, that not less than 50% of a metal alkoxide is hydrolyzed, it is preferred.

[0026]Alcohol amines, such as triethanolamine and diethanolamine, etc. can be used as stabilizer. Cooking temperature in a drying process after applying a processing agent on the other hand is good low temperature and for 40-300 \*\* 40-400 \*\* to be specifically about 100-250 \*\* most preferably. In this case, in a coating film, an organic component originating in an alkoxide remains easily, and it becomes possible to give water repellence much more effectively to a magnetic material.

[0027]Coating to a magnetic member which has a stoma is also possible, and corrosion resistance and rust prevention are effectively demonstrated to crevice corrosion of a stoma, etc. In this case, it is a technique also with processing agent osmosis in a stoma by supersonic vibration, and effective also performing being decompression impregnated etc. in addition to simple dip coating. On the other hand, a method of pressing a processing agent for magnetic materials fit in a stoma by application of pressure is also possible, and once performing decompression impregnation treatment, it may be made to perform being application-of-pressure impregnated.

[0028]

[Embodiment of the Invention]Hereafter, the case of a Nd-Fe-B system bond magnet is taken for an example, and the example shown in an attached drawing explains an embodiment of the invention.

(Example 1) The magnet powder for bond magnets is obtained by grinding the following

quenching thin bands. This quenching thin band is obtained by quenching the molten metal containing the alloy content of the specified quantity, and that average crystal grain diameter is 1 micrometer or less, and it can express a proximate composition type with  $R_x Fe_{100-x-y} B_y$ .

Here, Nd is used as the main ingredients (atomic content is not less than 50% in all the rare earth at least), the part is a replaceable rare earth component in either [ at least ] Dy or Pr, and R is  $9 \leq x \leq 15$  and  $4 \leq y \leq 10$ . It is also possible to be  $R_x Fe_{100-x-y-v} B_y M_v$  type and to replace a part of Fe [ further ] according to the purpose, by another metallic element (for example, Co etc.: a kind may be sufficient as more than one) M. In the range which does not cause the sharp fall of magnetic properties, the amount v of substitution is suitably set up in the about  $0.1 \leq v \leq 50$  range.

[0029]As for the above-mentioned quenching thin band, each of saturation magnetic flux densities and crystal magnetic anisotropy produces the organization whose large  $R_2 Fe_{14} B$  type tetragonal intermetallic compound phase (henceforth 2-14-plane 1) became a fine crystal grain with a mean particle diameter of 1 micrometer or less with quenching from a molten metal. Since high coercive force and residual magnetic flux density are shown in the state immediately after quenching, if this is ground to the powder of predetermined particle diameter, it can be used as highly efficient powder for bond magnets as it is. Since the coercive force of a thin band thru/or the square shape nature of a demagnetization curve will be spoiled and sufficient magnet performance will no longer be obtained if the above-mentioned mean particle diameter exceeds 1 micrometer, the mean particle diameter shall be made into the thing of a mentioned range, and shall be 0.1 micrometer or less still more desirably 0.5 micrometer or less desirably.

[0030]As the above mentioned substituted element M of Fe, Co can replace in  $v < 30$ . It is in the above-mentioned composition range, and by making Co contain, while the Curie temperature of 2-14-plane 1 rises, the temperature coefficient of a residual magnetic flux density is improved, and also in a hot operating environment like the motor for cars, the quenching thin band for bond magnets with which stability and outstanding magnetic properties are secured can be obtained. The chemical stability of a quenching thin band improves by addition of Co, and it is controlled that the bond magnet which used the thin band also under the environment of heat and high humidity is corroded, or magnetic properties fall. However, since the saturation magnetic flux density of 2-14-plane 1 will fall and it will lead to the fall of a maximum energy product if the content exceeds 30 atom %, it is not desirable. The content of Co is desirably good 2.5-20atom% and to set up within the limits of 5-10 atom % still more desirably.

[0031]Next, although it is ingredients other than the above, the rare earth component R is a major constituent of 2-14-plane 1 which bears the magnetic properties which were excellent in

the quenching thin band, Nd is made into a subject, and total content is set as the range of 9-15 atom % (namely,  $9 \leq x \leq 15$ ). If the content of the rare earth component R becomes less than nine atom %, the ratio of  $\alpha$ -Fe phase which is a soft magnetic phase will increase, and the fall of coercive force will be caused. On the other hand, if 15 atom % is exceeded, the ratio of the nonmagnetic phase which makes a rare earth component a subject will increase, and the fall of saturation magnetic flux density will be caused. Since each of these leads to the fall of a maximum energy product, content of the rare earth component R is made into the thing of a mentioned range, and is desirably good 10-13atom% and to set up within the limits of 11-12 atom % still more desirably.

[0032]A part of rare earth component R which makes Nd a subject can be replaced by Dy or Pr. By adding Dy, the anisotropy field of 2-14-plane 1 is raised and the coercive force of a quenching thin band can be raised substantially. Thereby for example, magnets which are equal to use by severe temperature environment since a fallen part of the coercive force in an elevated temperature is compensated when a magnet is used in the environment where temperature rises easily, such as a hard disk drive of a computer and a motor for cars, can be obtained. The addition can be suitably chosen, for example within the limits of 0.1 - pentatomic %. However, since Dy is expensive and it causes a material cost rise of a magnet, it is not preferred, except that the saturation magnetic flux density of 2-14-plane 1 will fall and the fall of a maximum energy product will be caused, if an addition exceeds pentatomic %. Although Tb is still more expensive than Dy, it has an effect almost equivalent to Dy, and even if the total content with the above Dy contains within the limits of 0.1 - pentatomic %, it does not interfere.

[0033]On the other hand, since Pr does not change the saturation magnetic flux density and the value of an anisotropy field so much when Nd in 2-14-plane 1 is replaced, it is also possible to replace the whole quantity by Pr depending on the considerable amount of Nd ingredient of a quenching thin band and the case, but. The separation rare earth of Pr is more expensive than that of Nd, and combination in the form of the separation rare earth is not preferred in order to cause the rise of material cost. However, in the separation refinement processes of a rare earth raw material, the separated extract of the Pr is carried out with Nd, and since the didym which is a non-dissociating rare earth of Nd and Pr is cheaper than the separation rare earth of Nd and Pr, Since material cost can be reduced if these are blended in the form of didym (for example, didym metal), it is convenient. In this case, the content of Pr in the quenching thin band obtained eventually will become settled with Pr content ratio in the didym used.

[0034]Although it is desirable not to contribute to the rise of an energy product, or to reduce this conversely, and not to contain as much as possible as for each rare earth element except having described above, with rare earth components, such as the above Nd, Dy, and Pr. For example, even if what the total amount mixes unescapable by within the limits below one atom

% contains, it does not interfere.

[0035]Next, B is an indispensable constituent of 2-14-plane 1 like the rare earth component R, and the content is set up within the limits of 4-10 atom % (namely,  $4 \leq y \leq 10$ ). If  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}$  type phase of soft magnetism will generate, the fall of coercive force will be caused, if the content of B becomes in less than four atom %, and content exceeds ten atom %, a nonmagnetic  $\text{NdFe}_4\text{B}_4$  type phase will generate and saturation magnetic flux density will fall. Since it is connected with reducing a maximum energy product in any case, let B content be a thing of a mentioned range. The content of B is desirably good 4-8atom% and to set up within the limits of 5-7 atom % still more desirably.

[0036]Fe bears the principal part of the big saturation magnetization as an indispensable constituent of 2-14-plane 1.

[0037]Such a quenching thin band can be ground so that the mean particle diameter may be set to 500 micrometers or less, and it can be used as the powder for bond magnets. And it can be considered as a bond magnet by combining the powder with resin, such as an epoxy resin, phenol resin, and Nylon. Here, since distribution of the magnet powder [ be / the mean particle diameter of the above-mentioned bond magnet powder / not less than 500 micrometers ] in a bond magnet and resin becomes uneven and it becomes a cause which produces dispersion in the surface magnetic flux distribution of a bond magnet, let mean particle diameter be the following [ the above ]. On the other hand, since the flow nature of magnet powder will fall, the smooth restoration to the metallic mold will become difficult and the fall of productivity will be caused when manufacturing a bond magnet, for example with compression molding if mean particle diameter becomes fine too much, it is set up more than predetermined mean particle diameter. The mean particle diameter of magnet powder is desirably good to set [ 50-400-micrometer ] up within the limits of 100-300 micrometers still more desirably.

[0038]Hereafter, the manufacturing method of the bond magnet powder and the bond magnet using the quenching thin band for bond magnets and it is explained. First, the alloy content of the specified quantity is blended and then the alloy content is dissolved in predetermined atmosphere, such as an inert gas atmosphere or a vacuum atmosphere. The alloy content blended may blend each ingredient independently, or may blend it in the form of hardeners, such as Nd-Fe alloy and ferroboration, or any may be sufficient as it. The dissolution can use publicly known dissolving methods, such as the high-frequency-induction dissolution and arc melting, for example.

[0039]Next, as shown in drawing 1 (a), the quenching thin band of the shape of a thin band thru/or the shape of a flake is manufactured by carrying out the rapid solidification of the molten metal. The inert gas atmosphere of argon etc. is used, and the atmosphere of quenching begins the single rolling method (it is a method shown in drawing 1 (a)) as the method of quenching, and can apply various methods, such as the congruence rolling method,



the Sprat quenching method, a centrifugal quenching method, and a gas atomizing method. The cooling efficiency of a molten metal is high, and adjustment of the cooling rate by roll peripheral speed is easy for especially the single rolling method, and suitable for it for mass-producing a homogeneous and highly efficient quenching thin band. [ among these ] In this case, when making roll peripheral speed into a second in 10-30 m /desirably 5-35 m/second obtains the quenching thin band which has a detailed and uniform crystal grain and was excellent in magnetic properties, it is desirable.

[0040]By the publicly known grinding method of using a stamp mill, a feather mill, a disc mill, etc., the obtained quenching thin band is ground so that it may become the above-mentioned mean particle diameter, and let it be the powder for bond magnets. As shown in drawing 1 (b), after carrying out coarse grinding, two steps (or multi stage story beyond it) pulverized further may grind. The particle size regulation of the powder after grinding is suitably carried out by a mesh etc., and it is desirable to carry out grain refining.

[0041]Here, the grinding front stirrup can heat-treat after grinding the quenching thin band obtained by the above-mentioned rapid solidification in a 400-1000 \*\* temperature requirement. The thin band immediately after quenching may produce an amorphous part, for example into the portion of cooling rates, such as near a contact portion with a quenching roll, which becomes large especially. This amorphous part is soft magnetism and may cause coercive force, the square shape nature of a demagnetization curve, the fall of an energy product, etc. Then, by performing the above-mentioned heat treatment to a quenching thin band, the above-mentioned amorphous part produced immediately after quenching can be crystallized, and the fall of an energy product, etc. can be prevented. When heat treatment temperature is lower than 400 \*\*, crystallization of the above-mentioned amorphous part does not progress enough, and an above-mentioned effect is not acquired enough. On the other hand, if heat treatment temperature exceeds 1000 \*\*, a crystal grain will grow and become big and rough, and coercive force thru/or an energy product will fall on the contrary. Therefore, heat treatment temperature is set up within the limits of above-mentioned, and is desirably set up within the limits of 600-700 \*\* still more desirably 500-800 \*\*.

[0042]As shown in drawing 2 (a), the powder 10 for bond magnets obtained by the above method is mixed with the resinous principle 11, and a bond magnet is manufactured pressing or by carrying out injection molding. the case where it is based on pressing -- the above-mentioned magnet powder -- powdered thermosetting resin, such as an epoxy resin, -- the specified quantity -- for example, as it mixes about 1 to 5% of the weight, for example, is shown in drawing 2 (b), Compression molding is carried out, for example with the welding pressure about 5 - 10 t/cm<sup>2</sup> by press forming by the die 14 and a metallic mold (the numerals 15 are the cores for forming a centrum in a Plastic solid) with the punches 12 and 13, etc. By heating the acquired Plastic solid to about prescribed temperature, for example, 80-180 \*\*,

after shaping, resin is stiffened and the bond magnet 21 is obtained. Heating for resin curing may be performed during the above-mentioned pressing. According to this method, density of the magnet powder in the bond magnet obtained can be made high, and it is suitable for manufacturing the highly efficient ring magnet for size motors, etc.

[0043]quantity with a little more [ on the other hand / when based on injection molding / first / thermoplastics /, such as Nylon, ] compression molding to magnet powder than a case -- for example, it adds about 10 to 30% of the weight, this is kneaded, and the compound for shaping is produced. And as shown in drawing 2 (c), the bond magnet 21 of desired shape is obtained by carrying out heat softening of this compound, and carrying out injection molding of this to the cavity 25a of the metallic mold 15 using a predetermined making machine. Since the bond magnet obtained by this method has a little low magnet powder density, it is based on compression molding, but there is an advantage which can manufacture a various and complicated-shaped magnet easily, and integral moulding of the required accessories, such as a motor spindle, can also be carried out with the above-mentioned compound. Drawing 2 (c) shows the ring shape bond magnet obtained by the above methods. Radial magnetization is carried out, for example and this ring like magnet is used as a motor rotor or a stator.

[0044]After setting the above isotropic magnet powder between heat and processing it, anisotropic magnet powder can also be obtained by the method of grinding this. In this case, an anisotropic magnet can be obtained if it is made to carry out orientation shaping of this anisotropic magnet powder in a magnetic field.

[0045]As shown in drawing 3, the bond magnet 21 (magnetic member) obtained as mentioned above can form a coating tunic in the surface by applying the processing agent 30 for magnetic materials of this invention already explained in detail. Drawing 5 is a flow chart showing an example of the coating process by a sol gel process. First, dispersion mixing of the specified quantity is carried out for the metal alkoxide (this example tetraethyl orthosilicate ( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ )) of the specified quantity (for example, 0.05 mol) into ethanol (this example 50 ml) as an organic solvent. Suitably after agitating this mixed liquor (metal alkoxide content solution) Stabilizer. (For example, triethanolamine) is added, a hydrolysis catalyst (this example 1%  $\text{NH}_4\text{OH}$  4ml) is added further gradually, and the sol-like processing agent 30 is obtained by carrying out predetermined time (for example, 1 hour) churning at a room temperature.

[0046]As a coating method to the bond magnet 21 of the processing agent 30, as shown in drawing 3 (a), the method of carrying out spray spraying besides [ which immerses the bond magnet 21 into the processing agent 30, and pulls up it ] a method, etc. is [ various ] employable, for example. As shown in drawing 3 (b), the way a wall puts the bond magnet 21 in the barrel 31 constituted by \*\*\*\*, and rotates this in the treating solution 30 by motor 32 grade is useful to apply to many bond magnets 21 uniformly at once.

[0047]The bond magnet which applied the processing agent 30 as mentioned above, For example, after making the amount of residual solvent evaporate to some extent at a room temperature, as shown in drawing 4 (a), By carrying out temperature-up desiccation in dryer F1, or drying by spraying of hot wind HW, as shown in drawing 4 (c), the bond magnet 25 with a coating tunic (magnetic member) with which the coating tunic 25b was formed all over the is obtained by using the bond magnet before coating as the main part 25a.

[0048]The coating tunic 25b formed as mentioned above is conjectured to have structure as typically shown, for example in drawing 6 (a) (it does not mean having restrictively a specific structure which shows a molecular formula typically in this figure, and this molecular formula shows). Namely, the inorganic atom group 3 (in the case of this example) like a metallic oxide originating in the metal system ingredient of a metal alkoxide It is thought that it has a hybrid structure in which  $\text{SiO}_2$  or  $\text{ZrO}_2$ , and the organic molecules 2 originating in an alkoxide component (carbon component:  $\text{CnHm}$  etc.) were intermingled. What remains in the state of a metal alkoxide without being hydrolyzed thoroughly may be contained. If such a tunic is analyzed by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), a metal system ingredient will be detected as a cation constituent by which a chemical shift is observed at the side which mainly shows a positive valence, and oxygen will be detected as an anion constituent by which a chemical shift is observed at the side which shows a negative valence conversely. a carbon ingredient -- organicity -- corresponding to a molecular remains gestalt, forming organic integrated states, such as  $\text{CH}_3^-$  or  $-\text{CH}_2^-$ , can check by XPS analysis. If it analyzes by an X-ray diffractometer method to a tunic, it can check that it is in the amorphous-like state where the diffraction peak which the halo pattern was observed and reflected the specific crystal structure is not observed.

[0049]By forming the above coating tunics, the inorganic atom group 3 plays the role which gives corrosion resistance and rust prevention (or shock resistance and abrasion resistance) to the bond magnet 21. The organic molecules 2 have high compatibility with the resinous principle in a bond magnet, and play the role which heightens the adhesion power of a tunic. Depending on the composition of the organic molecules 2, water repellence, and by extension, protection-against-dust nature and antifouling property can also be given. In order to make the organic component 2 remain in a coating tunic, it is desirable to perform heat-treatment temperature at the time of coating by a sol gel process, for example at about 150-250 \*\* low temperature. This temperature requirement is convenient also at the point of being hard to produce the fall of the magnetic properties of a Nd-Fe-B system magnet.

[0050]when the Nd-Fe-B system bond magnet after the above-mentioned coating is inserted into a homoiothermal constant humidity chamber and neglected on condition of RH 80 \*\* x 95% for 500 hours, it is based on viewing -- rusting -- etc. -- generating was not seen and the fall of magnetic properties was not seen, either.

[0051]Next, in a coating tunic, it is possible to also make a resinous principle composite [distribution and ]-ize. The processing agent 30 in this case can be prepared as follows, for example. That is, dispersion mixing of the specified quantity is carried out for the metal alkoxide (this example tetraethyl orthosilicate ( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ )) of the specified quantity (for example, 0.05 mol) into ethanol (this example 20 ml) as an organic solvent. After agitating this mixed liquor (metal alkoxide content solution), stabilizer (for example, triethanolamine) is added suitably and a hydrolysis catalyst (this example 1% $\text{NH}_4\text{OH}$  4ml) is added further gradually. To the solvent (this example 30 ml of ethylbenzene) of the continuing specified quantity, it is liquefied (unhardened) resin (in this example.) of the specified quantity. After mixing the liquid which blended 1.0 g of silicone resin with a viscosity of 1000 cps in the above-mentioned metal alkoxide content solution, the sol-like processing agent 30 is obtained by carrying out predetermined time (for example, 1 hour) churning at a room temperature.

[0052]Thereby, as shown in drawing 6 (b), the coating tunic by which the resinous principle 5 was distributed and mixed uniformly is obtained. It is possible to be able to reduce the surface energy of a coating tunic, for example, and to give high water repellence by addition of such resin. Therefore, it becomes possible to reduce adhesion of the moisture by the dew condensation which can give protection-against-dust nature and antifouling property to the processed metal 4, and can serve as a core of corrosion reaction, and dirt as much as possible, and the corrosion resistance of a bond magnet and rust prevention improve further as a result.

[0053]As mentioned above, although the example of this invention was described taking the case of the Nd-Fe-B system bond magnet, The magnetic material used as the applied object of this invention is not restricted to this, and, for example A Nd-Fe-B system sintered magnet, It is applicable like a Sm-Fe-N system bond magnet (for example, thing using the magnet powder of  $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$  mold structure indicated by JP,9-190909,A etc.) etc. It coats in the bond magnet powder itself by using the above-mentioned treating solution for this as a magnetic material, and may be made to fabricate this to a bond magnet after that. It is possible to raise the corrosion resistance of a bond magnet further by this.

[0054](Example 2) The specimen of the various following bond magnets was produced.  
 - Specimen A : after adding 0.05 mol of tetraethoxysilanes ( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ) to 50 ml of ethanol and carrying out the churning dissolution, 4 ml of ammonium hydroxide solution was added 0.1%, the hydrolyzed-condensation-polymerization reaction was performed, and the solution X was obtained. On the other hand, after adding 0.01 mol of vinyltriethoxysilane ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ) to 50 ml of ethanol and carrying out the churning dissolution, Processing agent \*\* for coating was obtained by producing separately the solution Y which added 4 ml of ammonium

hydroxide solution 0.1%, and performed the hydrolyzed-condensation-polymerization reaction, and adding and agitating this in the aforementioned solution X. To this processing agent \*\*, it is a Nd-Fe-B system bond magnet (powder for Nd-Fe-B system bond magnets (the isotropic quenching bond magnet powder made from General Motors)) of ring shape. pressing type ring magnet: united with the epoxy resin -- the following -- being the same -- predetermined time immersion was carried out, after making a processing agent permeate, it pulled up, and this was dried at 150 \*\* for 15 minutes, and the bond magnet with a coating tunic was obtained.

Specimen B : - The polystyrene resin 10g is added into 50 ml of xylene, In the solution which carried out the churning dissolution for about 1 hour, 4g addition and processing agent \*\* for coating which agitated and made styrene resin composite-ize were obtained for benzyl triethoxysilane ( $C_6H_5Si(OC_2H_5)_3$ ) at the room temperature. It pulled up, after carrying out predetermined time immersion of the Nd-Fe-B system bond magnet of ring shape and making a processing agent permeate this processing agent \*\*, and this was dried at 150 \*\* for 15 minutes, and the bond magnet with a coating tunic was obtained.

To 50 ml of specimen C:n-butanol, - 10.4 g of tetraethoxysilanes, Agitation mixing of 2.5 g of the methyl triethoxysilane ( $CH_3Si(OC_2H_5)_3$ ) is added and carried out to 2.5 g of benzyl triethoxysilane, 6 ml added, the ammonia 0.05% solution in which this solution was made to dissolve polyvinyl alcohol (PVA) beforehand was agitated, and processing agent \*\* for coating was obtained. It pulled up, after carrying out predetermined time immersion of the Nd-Fe-B system bond magnet of ring shape and making a processing agent permeate this processing agent \*\*, and this was dried at 150 \*\* for 15 minutes, and the bond magnet with a coating tunic was obtained. The bond magnet which does not coat was also prepared as a specimen for comparison.

[0055]When the above-mentioned specimen was immersed in tap water and it was neglected in a 25 \*\* thermostatic chamber for 24 hours, it was generated by rust on the whole surface at the specimen for comparison, but as for no specimen A-C, abnormalities were seen. When each specimen was neglected in the homoiothermal constant humidity chamber of 80 \*\* x 95% RH, as for the specimen for comparison, generating of rust was seen 24 hours afterward, but abnormalities were not seen even if each specimen A-C passed till 500 hours.

---

[Translation done.]

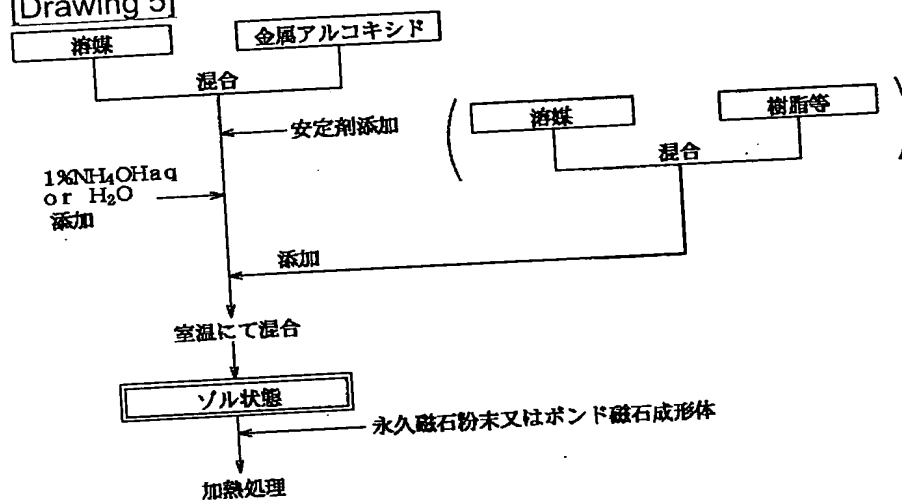
## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

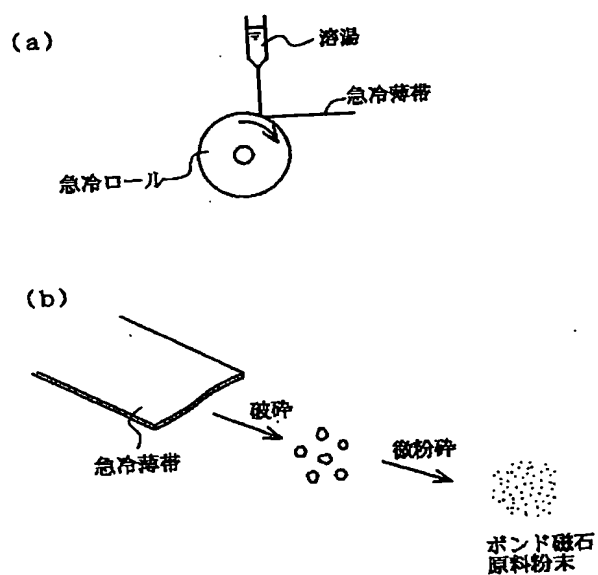
## DRAWINGS

[Drawing 5]

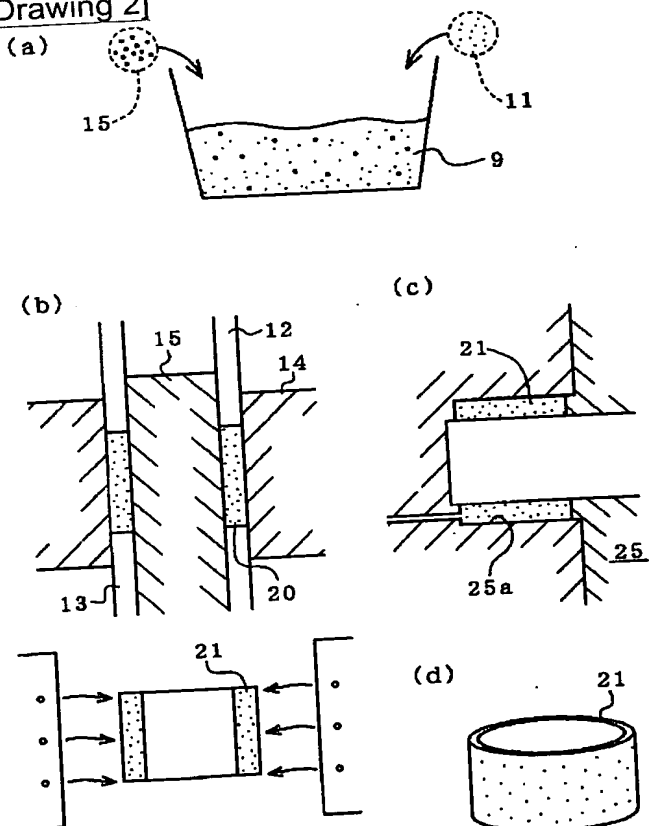


[Drawing 1]

JP,2001-172782,A [DRAWINGS]

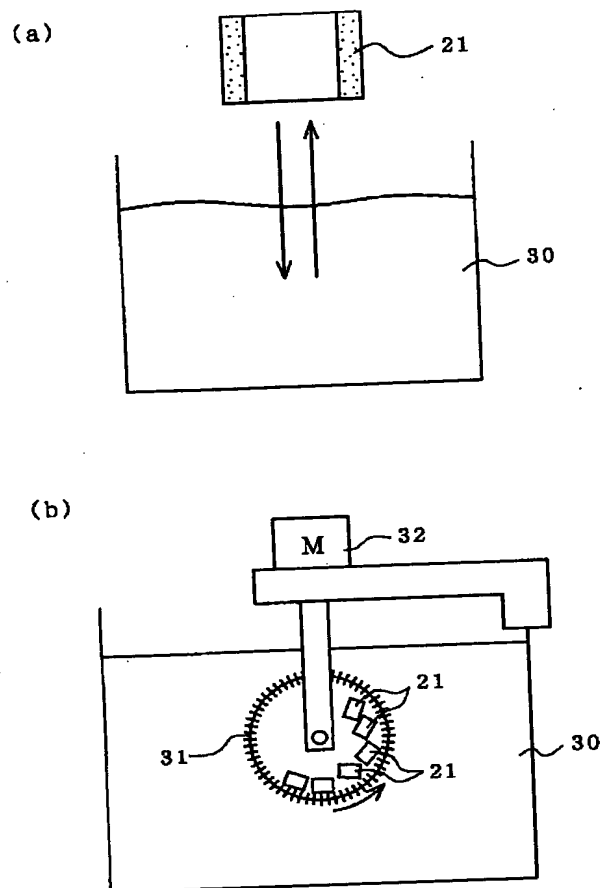


[Drawing 2]



[Drawing 3]

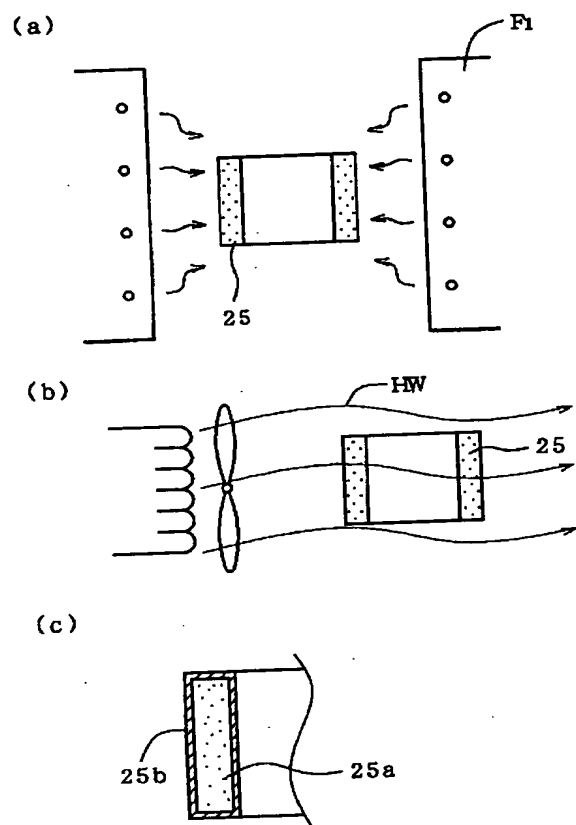
JP,2001-172782,A [DRAWINGS]



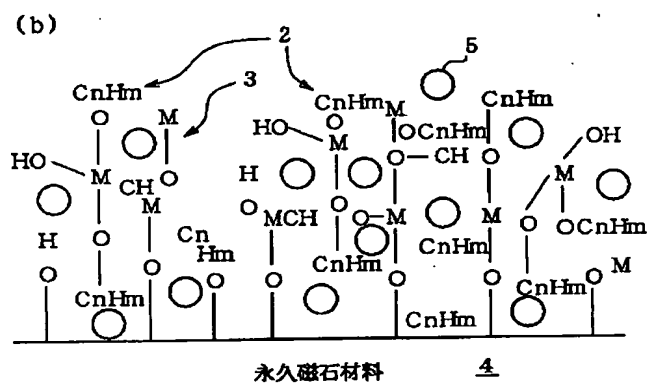
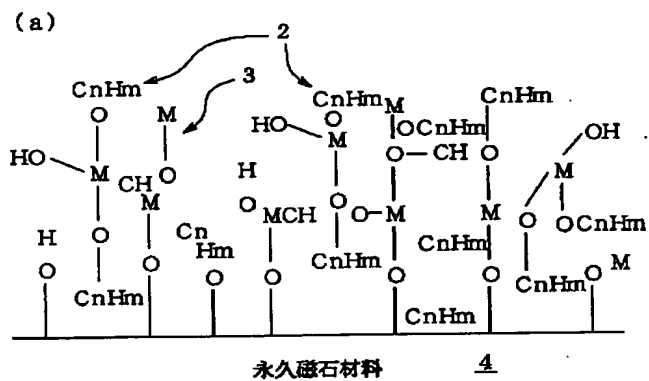
[Drawing 4]



JP,2001-172782,A [DRAWINGS]



[Drawing 6]



[Translation done.]

1/5

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-172782  
(P2001-172782A)

(43) 公開日 平成13年6月26日 (2001.6.26)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 2 3 F 11/00		C 2 3 F 11/00	B 4 D 0 7 5
B 0 5 D 5/12		B 0 5 D 5/12	A 4 J 0 3 8
C 0 9 D 5/08		C 0 9 D 5/08	4 K 0 2 2
201/00		201/00	4 K 0 6 2
C 2 3 C 18/12		C 2 3 C 18/12	5 E 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数18 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平11-358131

(22) 出願日 平成11年12月16日 (1999.12.16)

(71) 出願人 000198477

石塚硝子株式会社

愛知県名古屋市中昭和区高辻町11番15号

(71) 出願人 595181210

株式会社ダイドー電子

岐阜県中津川市茄子川1642番地の144

(72) 発明者 内垣 友好

愛知県名古屋市中昭和区高辻町11番15号 石塚硝子株式会社内

(74) 代理人 100095751

弁理士 菅原 正倫

最終頁に続く

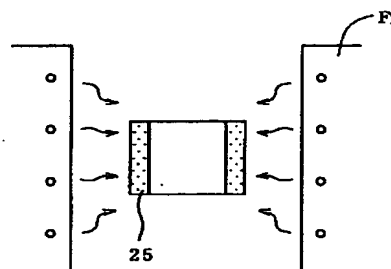
(54) 【発明の名称】 磁性素材用処理剤、コーティング被膜付き磁性部材及びその製造方法

(57) 【要約】

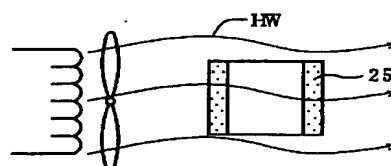
【課題】 F e 系希土類磁石等の金属系磁性素材において薄膜でも十分な性能改善、例えば耐食性付与を実現することができ、しかもコーティングも容易な磁性素材用処理剤を提供する。

【解決手段】 金属アルコキシド含有溶液からなる磁性素材用処理剤を、ボンド磁石 2 1 等の金属系磁性素材に対して塗布することによりコーティング被膜を形成する。該コーティング被膜は、アルコキシドに由来する有機成分が金属酸化物と複合化した一種の有機無機ハイブリッド被膜となり、薄膜でも良好な耐腐食性をこれに付与できるほか、有機成分を含有していることにより、例えばボンド磁石中の樹脂成分との親和性が高められ、被膜の密着力を向上させることができる。

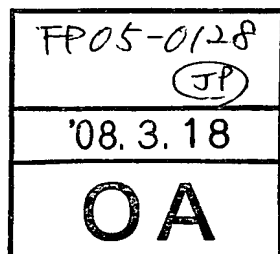
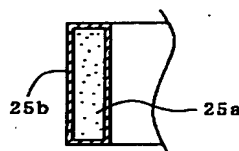
(a)



(b)



(c)



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 磁性相の最も含有率の高い元素が Fe であり、かつ希土類を含有する金属系磁性素材の表面に塗布する形で使用され、金属系元素のアルコキシド（以下、金属アルコキシドという）を含む成分を有機溶媒に分散させた金属アルコキシド含有溶液として構成されたことを特徴とする磁性素材用処理剤。

【請求項 2】 処理対象となる金属系磁性素材は、含有される希土類元素のうち、最も重量含有率の高いものが、Nd、Pr 及び Sm のいずれかである永久磁石素材である請求項 1 記載の磁性素材用処理剤。

【請求項 3】 前記金属系磁性素材の耐腐食性向上を目的として使用される請求項 1 又は 2 に記載の磁性素材用処理剤。

【請求項 4】 前記金属アルコキシドに含有される前記金属系元素は、Si、B、Al、Mg、Ti 及び Zr から選ばれる 1 種又は 2 種以上を主成分とするものである請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の磁性素材用処理剤。

【請求項 5】 前記金属系磁性素材は、金属系永久磁石粉末を樹脂結合したボンド磁石部材であり、該ボンド磁石部材の表面に、その耐腐食性向上のために塗布して使用される請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載の磁性素材用処理剤。

【請求項 6】 前記金属アルコキシドには、フッ素成分が少なくとも含まれている請求項 5 記載の磁性素材用処理剤。

【請求項 7】 前記金属アルコキシド含有溶液には、フッ素を含有する撥水材料が少なくとも含まれている請求項 5 又は 6 に記載の磁性素材用処理剤。

【請求項 8】 前記金属アルコキシド含有溶液には、PVA、スチレン樹脂、シリコン樹脂、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、アクリル樹脂から選択される 1 種又は 2 種以上の樹脂成分が含有されている請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載の磁性素材用処理剤。

【請求項 9】 前記撥水材料及び／又は樹脂成分が、前記有機溶媒中に溶解又はコロイド懸濁した状態にて含有されている請求項 7 又は 8 に記載の磁性素材用処理剤。

【請求項 10】 前記撥水材料及び／又は樹脂成分が、微粉末状にて含有されている請求項 7 ないし 9 のいずれかに記載の磁性素材用処理剤。

【請求項 11】 磁性相の最も含有率の高い元素が Fe であり、かつ希土類を含有する磁性部材の表面に、カチオン状態の金属系元素成分と、アニオン状態の酸素及び有機炭素とを含有した非晶質状のコーティング被膜が形成されていることを特徴とするコーティング被膜付き磁性部材。

【請求項 12】 前記磁性部材は、前記磁性相に含有される希土類元素のうち、最も重量含有率の高いものが、Nd、Pr 及び Sm のいずれかである永久磁石部材である請求項 11 記載のコーティング被膜付き磁性部材。

【請求項 13】 前記永久磁石部材は、金属系永久磁石粉末を樹脂結合したボンド磁石部材である請求項 11 又は 12 に記載のコーティング被膜付き磁性部材。

【請求項 14】 前記カチオン状態の金属元素成分は、Si、B、Al、Mg、Ti 及び Zr から選ばれる 1 種又は 2 種以上を主成分とするものである請求項 11 ないし 13 のいずれかに記載のコーティング被膜付き磁性部材。

【請求項 15】 前記コーティング被膜は、前記磁性部材に対する防食被膜である請求項 11 ないし 14 のいずれかに記載のコーティング被膜付き磁性部材。

【請求項 16】 前記コーティング被膜中には、フッ素を含有する撥水材料及び／又は PVA、スチレン樹脂、シリコン樹脂、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、アクリル樹脂から選択される 1 種又は 2 種以上の樹脂成分が分散形態で存在している請求項 11 ないし 15 のいずれかに記載のコーティング被膜付き磁性部材。

【請求項 17】 磁性相の最も含有率の高い元素が Fe であり、かつ希土類を含有する磁性部材の表面に、請求項 1 ないし 10 のいずれかに記載の磁性素材用処理剤を塗布・乾燥させることによりコーティング被膜を形成することを特徴とするコーティング被膜付き磁性部材の製造方法。

【請求項 18】 前記コーティング被膜を、ゾルゲル法により形成する請求項 17 記載のコーティング被膜付き磁性部材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、磁性素材用処理剤、コーティング被膜付き磁性部材及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、Nd-Fe-B 系磁石材料あるいは Sm-Fe-N 系磁石材料など、Fe を主成分とする高性能希土類永久磁石材料（以下、Fe 系希土類磁石材料といい、それによって構成された永久磁石部材を Fe 系希土類磁石という）が開発されており、特に Nd-Fe-B 系磁石材料は優れた磁気特性を有することから、各種電気機器や自動車用のモータ、あるいはコンピュータ用のボイスコイルモータ等に広く使用されている。Nd-Fe-B 系磁石材料は、その製法により、焼結磁石、熱間加工磁石及びボンド磁石（樹脂結合磁石）の 3 種類に大別される。このうちボンド磁石は、所定量の合金成分を配合・溶解後、溶湯を単ロール法等により急冷凝固させて得られる急冷薄帯を粉砕して原料磁石粉末を作り、その粉末をエポキシ樹脂、あるいはナイロン樹脂等の樹脂バインダとともに成形して所望の形状の磁石とするものである。上記磁石粉末は、主要な硬磁性相である Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 型正方晶金属間化合物相（以下 2-14-1 相という）が単磁区粒子径以下となった微細結

晶粒組織を有し、粉末の状態の高い保磁力を示す。このようなボンド磁石は、焼結磁石及び圧延磁石と異なり成形後の加工がほとんど不要で寸法精度が高く形状自由度に優れ、しかも生産性が高いことから、特に小型モーター用のリング磁石などに大量に使用されている。一方、 $\text{Sm}-\text{Fe}-\text{N}$ 系磁石材料は、磁性の主役を担う $\text{Sm}-\text{Fe}-\text{N}$ 系化合物相が高温で分解しやすいため、もっぱらボンド磁石としての用途が模索されている状況である。

【0003】ところで、上記のような $\text{Fe}$ 系希土類磁石材料は $\text{Fe}$ を主成分としている上、化学的に活性な希土類元素を比較的多く含んでいることから、使用環境によっては、具体的には湿度や温度の上がりやすい環境下では腐食が問題となる場合がある。一般に $\text{Fe}$ 系希土類磁石材料は、安定した磁気特性を確保するために、磁性相を形成する金属間化合物（例えば前記の2-14-1相である）の化学量論比よりも過剰な希土類成分を含有するように組成調整されることが多く、その過剰な希土類成分が希土類リッチ相となって磁性相とともに多相構造を形成する形となる。このような場合、異相間の局部電池反応も関係して腐食はより進行しやすい状況にあるといえる。いずれにしろ、このような腐食が進行すれば、該 $\text{Fe}$ 系希土類磁石を励磁媒体とするモーター等の電子機器自体の性能劣化につながるばかりでなく、腐食反応物の飛散により周辺回路等にも悪影響を及ぼすことは避けがたくなる。

【0004】そこで、従来より上記のような $\text{Fe}$ 系希土類磁石には、電着塗装、浸漬塗装（ディップ塗装）、スプレー塗装、ニッケルメッキ等の各種防食コーティング処理を施して使用することが常識となっている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記のような従来の防食コーティングには以下のような欠点がある。

①電着塗装では、電着槽内での通電のために磁石部材を治具にて把持する必要がある、工数がかかる。また、その治具による把持位置には電着被膜が付着せず、塗膜欠陥となって残留するので、そのままではその欠陥部から腐食が進行しやすくなる。なお、欠陥部を別塗りにより補修することも行われているが、製造能率の低下が著しくなることはいうまでもない。さらに、治具による把持位置は、完成品の主面（例えばラジアル着磁されるリング磁石では、リング外周面が主面である）の外観や寸法精度等が損なわれないよう、なるべく主面にかからない位置が主面縁部ぎりぎりの位置を選んで把持が行われる。希土類磁石を構成する化合物は一般に脆く（特にボンド磁石）、治具が磁石のエッジに当たったり、滑って把持し損ねたりすると、衝撃により欠損や割れ等を生じ、歩留まりが低下しやすい。まして、把持の失敗により磁石を落下させたりすることは致命的である。さら

に、廃液処理も面倒である。

②浸漬塗装は簡便である反面、液だれ等による膜厚の不均一や、被塗装部材の接触により欠陥が発生しやすい欠点がある。さらに、被塗装部材以外の部分にも塗料の付着を伴うから、無駄が多いのも難点である。

③スプレー塗装は、全面塗装を行う場合に部材の反転が必要であり、上記2つの塗装方法よりもはるかに能率が悪い欠点がある。

④上記いずれの塗装方法においても、十分な耐腐食性を確保するために必要な塗膜の厚さは $30\mu\text{m}$ 以上と厚くしなければならない。塗膜は一般には非磁性であるから、磁気ギャップの寸法が小さかったりギャップ寸法精度に対する要求が厳しい場合には、採用できないことがある。

⑤ニッケルメッキは、ボンド磁石への適用を図ろうとした場合、非導電性の樹脂の露出部分ではメッキ電流が低下するため、均質なメッキ膜が形成しにくく、十分な耐腐食性を確保できるメッキ被膜が実現していない。また、廃液処理が面倒である。

【0006】本発明の課題は、 $\text{Fe}$ 系希土類磁石等において薄膜でも十分な性能改善、例えば耐腐食性付与を実現することができ、しかもコーティングも容易な磁性素材用処理剤と、コーティング被膜付き磁性部材及びその製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段及び作用・効果】上記課題を解決するために、本発明の磁性素材用処理剤は、磁性相の最も含有率の高い元素が $\text{Fe}$ であり、かつ希土類を含有する金属系磁性素材の表面に塗布する形で使用され、金属系元素のアルコキシド（以下、金属アルコキシドという：ただし、本明細書においては、金属系元素の概念に $\text{Si}$ 及び $\text{B}$ を含める）を含む成分を有機溶媒に分散させた金属アルコキシド含有溶液として構成されたことを特徴とする。また、本発明のコーティング被膜付き磁性部材の製造方法は、磁性相の最も含有率の高い元素が $\text{Fe}$ であり、かつ希土類を含有する磁性部材の表面に上記磁性素材用処理剤を塗布・乾燥させることによりコーティング被膜を形成することを特徴とする。

【0008】磁性相の最も含有率の高い元素が $\text{Fe}$ であり、かつ希土類を含有する金属系磁性素材としては、含有される希土類元素のうち、最も重量含有率の高いものが、 $\text{Nd}$ 、 $\text{Pr}$ 及び $\text{Sm}$ のいずれかである永久磁石素材を挙げることができ、具体的には、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁石材料（ボンド磁石あるいは焼結磁石：希土類成分は $\text{Nd}$ が主体であるが、一部が $\text{Dy}$ や $\text{Pr}$ 等の他の希土類元素で置換されていてもよい）、あるいは $\text{Sm}-\text{Fe}-\text{N}$ 系磁石材料（主にボンド磁石）を例示できる。また、永久磁石材料以外では、超音波発生装置あるいはアクチュエータ等に使用される $\text{Tb}-\text{Fe}$ 系超磁歪材料を例示できる。

【0009】金属アルコキシド含有溶液からなる上記のような磁性素材用処理剤を該金属系磁性素材に対して処理すると、金属酸化物やアルコキシドに由来する有機成分がこれに複合化した組成物（有機無機ハイブリッド）のコーティング被膜が、均一かつ簡便に磁性素材表面に形成される。そして、それら金属酸化物もしくは組成物により、特有の機能を磁性素材に対して付与することができる。

【0010】具体的には、上記のような金属系磁性素材はFeを主成分としてしかも希土類を含有するため腐食を受けやすいが、コーティング被膜に含有される金属酸化物の化学的安定性により、薄膜でも極めて良好な耐腐食性や防錆性を磁性素材に付与することができる。また、電着塗装やニッケルメッキ等とは異なり、基本的に電気化学処理を伴わないから、条件設定も容易であり、また電着塗装のような治具による把持も必須ではなくなり、仮に治具を使用する場合でも通電を行わないので簡略なものを採用できる。その結果、処理が簡便だけでなく、コーティング被膜に欠損等が生じさせる因子が大幅に減少し、高品質のコーティング被膜を極めて能率的に形成することができる。また、金属アルコキシド含有溶液は後述するゾルゲル反応など、化学反応（例えばアルコキシドの加水分解と縮重合反応）の進行をコントロールすることにより、含有される被膜形成成分の含有比率を大きく変えることなく、液の粘性や流動性等の性状を自由に調整できる。従って、その液性状の調整により被処理部材である磁性素材に対する液の付着量、ひいては膜厚調整も容易であり、小膜厚でもばらつきの小さいコーティング被膜を容易に形成できるので、例えば磁気ギャップの寸法が小さかったりギャップ寸法精度等に対する要求が厳しい場合にも十分対応できる。

【0011】また、上記のコーティング被膜の形成により、磁性素材に耐衝撃性や耐摩耗性を付与することもできる。これにより、被膜形成後の磁性素材（例えばボンド磁石）をモータ等の電子機器に組み込む際の、ハンドリング性を高めることができる。また、複合化した有機成分に由来する撥水性により、磁性素材表面における水分との接触を防止ないし抑制する効果や、磁性素材に対して防塵／防汚性を付与することもできる。その防汚作用により磁性素材の腐食反応を進行させる核の形成を抑制することが可能となるが、これは、磁性素材に対する間接的な耐腐食性向上をもたらす。また、埃等の付着が軽減されることにより、該磁性素材からなる部材を電子機器等に組み込む際のコンタミ持ち込みを防止する効果も達成され、例えばコンピュータ用等の精密機器等においては動作不良等を生じにくくすることができる。

【0012】また、本発明のコーティング被膜付き磁性部材は、磁性相の最も含有率の高い元素がFeであり、かつ希土類を含有する磁性部材の表面に、カチオン状態の金属系元素成分（ただし、本明細書では、金属系元素

の概念にSiとBとを含める）と、アニオン状態の酸素及び有機炭素とを含有する非晶質状のコーティング被膜が形成されていることを特徴とする。

【0013】上記のコーティング被膜は、本発明の金属アルコキシドを用いた処理液にて形成することができるものであり、前述の通り有機無機ハイブリッド構造を有していると推測される。このような有機無機ハイブリッド構造は、非晶質的であるため原子レベルにて正確に同定することは困難であるが、少なくとも有機成分を構成する有機原子団と、アルコキシドの加水分解により生じている金属酸化物的な無機原子団とが入り組んだ構造を呈していることが考えられる。この場合、金属元素成分は金属単体では存在しないか存在しても微量であり、大半は酸化物等の形成に関与したカチオン状態（正の価数を有した状態）で存在することとなる。また、酸素は金属を酸化した状態、すなわちアニオンの状態で存在する。本明細書では、X線光電子分光法（XPS）で被膜を分析したときに、正の価数を示す側にケミカルシフトが観察される元素はカチオン状態で存在すると考え、逆に負の価数を示す側にケミカルシフトが観察される元素はアニオン状態で存在すると考える。さらに、「非晶質状」とは、X線ディフラクトメータ法にて分析したときに、ハローパターンが観察され、かつ特定の結晶構造を反映した回折ピークが観察されない状態になっていることをいう。ただし、コーティング被膜中に意図的にあるいは不可避免的に結晶質の無機又は有機材料粒子が混入されている場合は、その粒子からの回折ピークは除く。つまり、被膜の主体となる基質が非晶質状であればよいのである。

【0014】また、炭素成分も、有機分子的な残留形態を呈すると考えられ、無定形炭素やグラファイトあるいはダイヤモンド等の単体状態では存在するものは存在しないか存在しても微量であり、大半は何らかの有機結合を形成した形（有機炭素）にて存在するものと考えられる。この場合の炭素原子の存在形態は、その結合形態により種々に変化するが、例えばアルコキシドの炭素鎖形成部分に由来する、 $\text{CH}_3$ —あるいは $\text{CH}_2$ —などの有機結合状態を少なからず含むものとなる。このような結合状態を含んでいるか否かも、前記のXPSにおいて炭素のケミカルシフトを測定することにより確認することができる。

【0015】金属系磁性素材は、例えば、金属系永久磁石粉末を樹脂結合したボンド磁石部材とすることができ、本発明の処理剤はボンド磁石部材の表面に、その耐腐食性向上のために塗布して使用することができる。そして、コーティング被膜を得るために、処理剤を塗布後、加熱により乾燥を行うことが望ましい。

【0016】次に、本発明のコーティング被膜付き磁性部材の製造方法においては、前記の磁性素材用処理液を、金属系アルコキシドの加水分解により得られるゾル

状組成物液とすることができ、すなわち、コーティング被膜をいわゆるゾルゲル法により形成する。これによれば、均一な膜厚のコーティング被膜を極めて簡単に形成することが可能で、被処理磁性素材が粉末状である場合にも、各粒子の粒径に拘らず、膜厚の均一なコーティングを形成することが可能である。この場合、コーティング被膜は、そのゾル状組成物に基づくゲル状組成物被膜となる。このようなアルコキシドを加水分解させて調製したゾル状組成物には、金属元素及び／又はSiの酸化物が含有され、さらにアルコキシドに由来する有機物（炭素成分）が残存することとなる。従って、そのゾル状組成物に基づくゲル状組成物にも酸化物や有機物が含有されており、この酸化物が被処理部材たる磁性素材に高い耐腐食性を付与する。また、残存有機物により、特にボンド磁石に適用した場合には、ボンド磁石に含まれる樹脂部分とのなじみ性（親和性）が向上し、被膜の密着性を格段に高めることができ、結果的に薄膜でも十分な耐腐食性等を付与できる一要因となる。

【0017】金属アルコキシドは、例えば、一般式： $M-(OR)_x$ で表され、Mが金属系成分、 $-(OR)_x$ がアルコキシド成分を表している。その金属系成分としては、磁性素材の表面に形成される酸化物が安定になる金属を用いるのが好ましい。そのような金属系元素としては、例えば、Si、B、Al、Mgの他、遷移金属の1種又は2種以上から選択されるものを採用することができる。このような金属系成分を含有した金属アルコキシドを用いると、磁性素材（磁性部材）の耐腐食性や防錆性、あるいは耐衝撃性や耐摩耗性が一層顕著に向上する。このうち、耐腐食性や防錆性を向上させる観点において、より望ましい成分は、Si、B、Al、Mg、Ti及びZrから選ばれる一種または2種以上である。なかでも、Siは、生成する酸化物の安定性、ゾル状組成物の安定性等を考慮すると、アルコキシド成分として最も優れている。なお、Siを用いたアルコキシドとしては、例えばテトラエトキシシラン（ $Si(OC_2H_5)_4$ ）等を用いることができる。

【0018】一方、金属アルコキシドのアルコキシド成分としては、例えば、一般式： $-(OC_nH_m)_l$ で表される有機アルコキシド成分を用いることができる。この場合、特にカーボンに結合している水素（H）成分に置換して、ハロゲン元素成分、特にフッ素成分が含有されているのがよい。なお、金属に直接フッ素成分が結合しているものを用いることも可能である。このように、金属アルコキシドにフッ素成分が含有されていると、磁性素材（磁性部材）表面に形成される金属酸化物に複合化する組成物にフッ素が含まれることになり、磁性素材（磁性部材）に付与される撥水性が著しく向上する。なお、上記一般式で表される有機アルコキシド成分としては、例えば、 $n=0\sim 8$ 、 $m=1\sim 20$ 、 $l=1\sim 6$ の飽和、不飽和の炭化水素基から構成されるものを採用す

ることができ、鎖状、環状等の形状はいずれでもよい。また、上記一般式に特に限定されるものでもなく、水酸基を用いることも可能で、さらに、金属アルコキシド中に、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ビニル基、アクリル基、フェニル基、イソシアネート基、メタクリル基等の官能基が単独で存在又は複数共存していてもよく、多価アルコールのアルコキシドとしてもよい。すなわち、アルコキシドの炭素鎖に結合される原子及び原子団は、水素に限らず、ハロゲン元素、及び上記のような種々の官能基等が含まれていてもよい。

【0019】上記のような金属アルコキシドを少なくとも1種類以上含んだ分散液とするために、有機溶媒としてはアルコール系、エーテル系、エステル系、フェノール系等を用いることが可能で、これらの混合溶媒としてもよい。中でもアルコールは比較的低沸点であるため、乾燥工程が短時間で済む利点を備えている。このようなアルコールとしては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等を用いることができる。

【0020】なお、ゾル状組成物液を作る場合は、溶媒の配合量を25～98重量%、アルコキシドの配合量を2～40重量%程度にするのが好ましい。溶媒の配合量が25重量%未満の場合は、アルコキシドが均一に分散及び／又は溶解されにくくなるため、アルコキシドの加水分解反応が起こりにくくなる場合があり、ゲル状組成物が不安定となる場合がある。また、溶媒の配合量が98重量%を超えると、溶媒を蒸発させる乾燥工程に長時間を要する場合がある。一方、アルコキシドの配合量が2重量%未満の場合、例えば耐腐食性付与効果が低下する場合があり、また、アルコキシドの有機成分によるボンド磁石等の樹脂成分へのなじみ性も低下する場合がある。また、アルコキシドの配合量が40重量%を超えると、アルコキシドの溶媒への分散性及び／又は溶解性が低下し、ゲル状組成物が不安定となる場合がある。

【0021】さらに、金属アルコキシド含有溶液には、フッ素を含有する撥水材料を少なくとも含ませることも可能である（該撥水材料は当然にコーティング被膜中に取り込まれる）。このようにフッ素を含有する撥水材料を含ませた磁性素材用処理剤を磁性素材に処理すると、該磁性素材の表面エネルギーを著しく低下させ、高い撥水性を付与することが可能である。したがって、磁性素材に対して防塵、防汚性を付与することができ、また、腐食反応の核となり得る結露による水分や汚れの付着を極力低下させることが可能となり、磁性素材の耐腐食性がさらに向上する。なお、フッ素を含有する撥水材料としては、例えば、ポリテトラフルオロエチレン、フッ化ビッチ（フッ素化グラファイト）等の有機フッ素化合物を用いることができる。

【0022】上記のように撥水性等付与の目的として、

フッ素を含有する撥水材料を金属アルコキシド含有溶液に添加したが、それ以外にも、各種熱可塑性樹脂あるいは熱硬化性樹脂（以上、ゴムあるいはエラストマーを含む）を1種又は2種以上添加することもでき、例えば、PVA、スチレン樹脂、シリコン樹脂、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、アクリル樹脂の1種又は2種以上から選択される樹脂成分を添加することができる（これらもコーティング被膜中に取り込まれる）。この場合も、上記撥水材料と同様に、磁性素材に対して高い撥水性を付与することが可能である。なお、これら撥水材料及び／又は樹脂成分は、溶媒に溶かした溶液状態、又はコロイド状態にて金属アルコキシド含有溶液に含有することが可能であるが、なかでも微粉末状のものをコロイド状態で含有するのが簡便である。その場合、微粉末粒径は、サブミクロン以下、例えば0.01～0.8μm程度とするのが、金属アルコキシド含有溶液への微粉末の分散性、及び処理後の被膜内での撥水材料及び／又は樹脂成分の分散性を向上させる上で都合がよい。

【0023】次に、コーティング被膜の膜厚は、50μm以下、好ましくは20μm以下とするのがよい。膜厚が50μmを超えると、磁性相の相対含有量が減少して磁気特性、例えば液吸磁石の場合は残留磁束密度（ $B_r$ ）や最大エネルギー積（ $(BH)_{max}$ ）の低下を招いたり、あるいは磁気ギャップの大きさが制限されているなど、寸法上の制約が存在する場合に、これに対応しきれなくなる場合がある。また、コーティング被膜自体の耐衝撃性等が確保できなくなる場合もある。なお、上記膜厚は、さらに好ましくは10μm以下、目的によっては1μm未満のサブミクロンサイズの膜厚とすることもあり得る。このような薄膜を形成するためには、前記のゾルゲル法を採用すれば、均一かつ薄い膜厚の被膜を簡便に形成することが可能である。ただし、耐腐食性向上を主目的とする場合は、少なくとも1μm程度の膜厚は確保されているのがよい。

【0024】また、磁性素材用処理液を構成する金属アルコキシド含有溶液の粘度は、 $10^3$  cps以下とするのがよい。 $10^3$  cpsを超えると、均一なコーティング膜を形成することが困難になる場合がある他、膜厚が厚くなりすぎることもあり、例えば50μm以下の膜厚のコーティング膜を形成するのが困難になる場合がある。したがって、溶媒を適宜選択する必要がある、例えばエタノール、プロパノール、ブタノール等を用いるのがよい。この場合、溶媒としては磁性素材をなるべく錯体化させないものを用いるのがよい。また、金属アルコキシドの溶媒に対する配合量を0.01～1.0mol/l程度にするのがよく、浸漬する場合のゾル液の温度を室温～30℃程度の範囲で適宜設定するのがよい。

【0025】上記ゾルゲル法における加水分解触媒は、酸又はアルカリ系のいずれの触媒を用いることも可能であるが、特にアルカリ系触媒を用いるのが好ましい。ま

た、酸系触媒を使用する場合は、特に塩素成分を可及的に含まないものが好ましく、アルカリ系触媒としてはアンモニア水溶液等を用いることができる。酸系触媒として塩素成分を含むものを用いた場合、コーティング被膜中に含まれる該塩素成分がFeを主体とする磁性素材の酸化反応を急激に促進する。すなわち、磁性素材に形成されるコーティング膜中には、塩素成分がなるべく存在しない、例えば少なくとも0.1wt%以下、好ましくは限りなくゼロに近い含有量にするのがよい。なお、金属アルコキシドの例えば50%以上が加水分解されているのが、上記のような耐腐食性等の性質を向上させる上で好ましい。

【0026】また、安定剤としては、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン等のアルコールアミン等を用いることができる。一方、処理剤を塗布した後の乾燥工程における加熱温度は低温、具体的には40～400℃、好ましくは40～300℃、最も好ましくは100～250℃程度にするのがよい。この場合、コーティング膜中にはアルコキシドに由来する有機成分が残存し易くなり、撥水性を磁性素材に対して一層効果的に付与することが可能となる。

【0027】なお、気孔を有する磁性部材へのコーティングも可能であり、気孔の隙間腐食等に対して耐腐食性、防錆性を効果的に発揮する。この場合、単純なディップコーティング以外に、超音波振動による気孔への処理剤浸透や、減圧含浸などを行うことも有効な手法である。他方、加圧により気孔内に磁性素材用処理剤を圧入する方法も可能であり、一旦減圧含浸処理を行った後、加圧含浸を行うようにしてもよい。

【0028】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を、Nd-Fe-B系ボンド磁石の場合を例に取り、添付の図面に示す実施例により説明する。

（実施例1）ボンド磁石用の磁石粉末は、以下のような急冷薄帯を粉砕することによって得られる。この急冷薄帯は、所定量の合金成分を含む溶湯を急冷して得られるもので、その平均結晶粒径が1μm以下であり、一般組成を $R_xFe_{100-x-y}By$ で表すことができる。ここで、RはNdを主成分（少なくとも全希土類中に原子含有率が50%以上）とし、その一部がDyないしPrの少なくとも一方によって置換可能な希土類成分であり、 $9 \leq x \leq 15$ 、 $4 \leq y \leq 10$ である。なお、目的に応じて、 $R_xFe_{100-x-y-v}ByMv$ 形で、Feのさらに一部を別の金属元素（例えば、Coなど：複数種類でもよい）Mにて置換することも可能である。その置換量vは磁気特性の大幅な低下をきたさない範囲にて、例えば $0.1 \leq v < 50$ 程度の範囲にて適宜設定される。

【0029】上記急冷薄帯は、溶湯からの急冷により、飽和磁束密度及び結晶磁気異方性がいずれも大きいR2



Fe<sub>14</sub>B型正方晶金属間化合物相（以下2-14-1相という）が平均粒径1μm以下の微細結晶粒となった組織を生じ、急冷直後の状態で高い保磁力と残留磁束密度を示すので、これを所定の粒子径の粉末に粉碎すればそのまま高性能のボンド磁石用粉末として使用できる。なお、上記平均粒径が1μmを超えると、薄帯の保磁力ないし減磁曲線の角形性が損なわれて十分な磁石性能が得られなくなるので、その平均粒径は上記範囲のものとされ、望ましくは0.5μm以下、さらに望ましくは0.1μm以下とされる。

【0030】また、前記したFeの置換元素Mとしては、 $v < 30$ の範囲にてCoにより置換することができる。上記組成範囲内でCoを含有させることにより、2-14-1相のキュリー温度が上昇するとともに残留磁束密度の温度係数が改善され、自動車用モータのような高温の使用環境においても、安定かつ優れた磁気特性が確保されるボンド磁石用急冷薄帯を得ることができる。また、Coの添加により急冷薄帯の化学的安定性が向上し、高温多湿の環境下でも、その薄帯を用いたボンド磁石が腐食されたり磁気特性が低下したりすることが抑制される。しかしながら、その含有量が30原子%を超えると2-14-1相の飽和磁束密度が低下し、最大エネルギー積の低下につながるの好ましくない。なお、Coの含有量は、望ましくは2.5~20原子%、さらに望ましくは5~10原子%の範囲内で設定するのがよい。

【0031】次に、上記以外の成分であるが、希土類成分Rは急冷薄帯の優れた磁気特性を担う2-14-1相の主要構成成分であって、Ndを主体とし、合計の含有量が9~15原子%の範囲に設定される（すなわち $9 \leq x \leq 15$ ）。希土類成分Rの含有量が9原子%未満になると、軟磁性相である $\alpha$ -Fe相の比率が増大し、保磁力の低下を招く。一方、15原子%を超えると希土類成分を主体とする非磁性相の比率が増大し、飽和磁束密度の低下を招く。これらはいずれも最大エネルギー積の低下につながるの、希土類成分Rの含有量は上記範囲のものとされ、望ましくは10~13原子%、さらに望ましくは11~12原子%の範囲内で設定するのがよい。

【0032】また、Ndを主体とする希土類成分Rの一部をDy又はPrで置換することができる。Dyを添加することにより、2-14-1相の異方性磁界が高められ、急冷薄帯の保磁力を大幅に向上させることができる。これにより、例えばコンピュータのハードディスクドライブや自動車用のモータなど、温度が上昇しやすい環境で磁石が使用される場合、高温での保磁力の低下分が補われるので、厳しい温度環境での使用に耐える磁石を得ることができる。その添加量は、例えば0.1~5原子%の範囲内で適宜選択できる。ただし、添加量が5原子%を超えると2-14-1相の飽和磁束密度が低下し、最大エネルギー積の低下を招くほか、Dyは高価で

あるため磁石の原料コスト上昇を招くので好ましくない。なお、TbはDyよりもさらに高価であるが、Dyとほぼ同等の効果を有しており、上記Dyとの合計含有量が0.1~5原子%の範囲内で含有されていても差しつかえない。

【0033】一方、Prは2-14-1相中のNdを置換した場合に、その飽和磁束密度及び異方性磁界の値をそれほど変化させないため、急冷薄帯のNd成分の相当量、場合によってはその全量をPrで置換することも可能であるが、Prの分離希土はNdのそれよりも高価であり、その分離希土の形での配合は原料コストの上昇を招くため好ましくない。しかしながら、Prは希土類原料の分離精製工程においてNdとともに分離抽出され、NdとPrの非分離希土であるジウムはNd及びPrの分離希土よりも安価であるので、これらをジウム（例えばジウムメタル）の形で配合すれば原料コストを低減することができるので好都合である。この場合、最終的に得られる急冷薄帯中のPrの含有量は、使用されるジウム中のPr含有比率により定まることとなる。

【0034】なお、上記した以外の希土類元素は、いずれもエネルギー積の上昇に寄与しないか逆にこれを低下させるものであり、できるだけ含有されないことが望ましいが、上記Nd、Dy、Pr等の希土類成分とともに、例えばその総量が1原子%以下の範囲内で不可避免的に混入するものは含有されていても差しつかえない。

【0035】次に、Bは、希土類成分Rと同様に2-14-1相の必須構成成分であり、その含有量は4~10原子%の範囲内（すなわち $4 \leq y \leq 10$ ）で設定される。Bの含有量が4原子%未満となると、軟磁性のNd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>型相が生成して保磁力の低下を招き、含有量が10原子%を超えると非磁性のNdFe<sub>4</sub>B<sub>4</sub>型相が生成して飽和磁束密度が低下する。いずれの場合も、最大エネルギー積を低下させることにつながるの、B含有量は上記範囲のものとされる。Bの含有量は、望ましくは4~8原子%、さらに望ましくは5~7原子%の範囲内で設定するのがよい。

【0036】Feは、2-14-1相の必須構成成分として、その大きな飽和磁化の主要部を担うものである。

【0037】このような急冷薄帯は、その平均粒子径が500μm以下となるように粉碎してボンド磁石用粉末とすることができる。そして、その粉末をエポキシ樹脂、フェノール樹脂、ナイロン樹脂等の樹脂により結合することにより、ボンド磁石とすることができる。ここで、上記ボンド磁石粉末の平均粒子径が500μm以上であると、ボンド磁石内における磁石粉末及び樹脂の分布が不均一となり、ボンド磁石の表面磁束分布のばらつきを生ずる原因となるので、平均粒子径は上記以下のものとされる。一方、平均粒子径が細くなりすぎると、例えば圧縮成形によりボンド磁石を製造する場合、磁石粉末の流れ性が低下し、その金型へのスムーズな充填が

10

20

30

40

50

困難になり生産性の低下を引き起こすので、所定の平均粒径以上に設定される。なお、磁石粉末の平均粒子径は、望ましくは $50 \sim 400 \mu\text{m}$ 、さらに望ましくは $100 \sim 300 \mu\text{m}$ の範囲内で設定するのがよい。

【0038】以下、ボンド磁石用の急冷薄帯、それを用いたボンド磁石粉末及びボンド磁石の製造方法について説明する。まず、所定量の合金成分を配合し、次に不活性ガス雰囲気あるいは真空雰囲気等、所定の雰囲気中でその合金成分を溶解する。配合される合金成分は、それぞれを単独で配合しても、Nd-Fe合金やフェロボロン等の母合金の形で配合してもいずれでもよい。また、溶解は、例えば高周波誘導溶解、アーク溶解等公知の溶解方法を用いることができる。

【0039】次に、図1(a)に示すように、その溶湯を急冷凝固させることにより、薄帯状ないしフレーク状の急冷薄帯が製造される。急冷の雰囲気は例えばアルゴン等の不活性ガス雰囲気が用いられ、急冷の方法としては、単ロール法(図1(a)に示す方法である)を始め、双ロール法、スプラットクエンチ法、遠心急冷法、ガスアトマイズ法等、各種方法が適用できる。これらのうち、特に単ロール法は、溶湯の冷却効率が高く、またロール周速による冷却速度の調整が容易で、均質で高性能の急冷薄帯を大量生産するのに好適である。この場合、ロール周速を $5 \sim 35 \text{ m/秒}$ 、望ましくは $10 \sim 30 \text{ m/秒}$ とすることが、微細で均一な結晶粒を有し、磁気特性に優れた急冷薄帯を得る上で望ましい。

【0040】得られた急冷薄帯は、スタンプミル、フェザーミル、ディスクミル等を用いる公知の粉碎方法により、前述の平均粒子径となるように粉碎され、ボンド磁石用粉末とされる。なお、図1(b)に示すように、粗粉碎した後にさらに微粉碎する二段階(あるいはそれ以上の多段階)により粉碎を行ってもよい。なお、粉碎後の粉末は、適宜メッシュ等により整粒して粒度調整することが望ましい。

【0041】ここで、上記急冷凝固により得られる急冷薄帯は、その粉碎前又は粉碎後に $400 \sim 1000^\circ\text{C}$ の温度範囲において熱処理することができる。急冷直後の薄帯は、例えば急冷ロールとの接触部付近等、冷却速度の特に大きくなる部分に非晶質部を生じる場合がある。この非晶質部は軟磁性であり、保磁力、減磁曲線の角型性、エネルギー積の低下等を引き起こす場合がある。そこで、急冷薄帯に対し上記熱処理を行うことにより、急冷直後に生じていた上記非晶質部を結晶化することができる。熱処理温度が $400^\circ\text{C}$ より低い場合は、上記非晶質部の結晶化が充分進まず、上述の効果が充分得られない。一方、熱処理温度が $1000^\circ\text{C}$ を超えると、結晶粒が成長して粗大化し、保磁力ないしエネルギー積が却って低下する。従って、熱処理温度は上述の範囲内で設定され、望ましくは $500 \sim 800^\circ\text{C}$ 、さらに望ましくは $600$

$\sim 700^\circ\text{C}$ の範囲内で設定される。

【0042】図2(a)に示すように、以上の方法により得られるボンド磁石用粉末10を樹脂成分11と混合し、加圧成形又は射出成形することによりボンド磁石が製造される。加圧成形による場合は、上記磁石粉末に、エポキシ樹脂等の粉末状の熱硬化性樹脂を所定量、例えば $1 \sim 5$ 重量%程度混合し、例えば図2(b)に示すように、ダイ14及びパンチ12、13を有した金型(符号15は、成形体に中空部を形成するためのコアである)によるプレス成形等により、例えば $5 \sim 10 \text{ t/cm}^2$ 程度の加圧力で圧縮成形する。成形後、得られた成形体を所定温度、例えば $80 \sim 180^\circ\text{C}$ 程度に加熱することにより樹脂を硬化させ、ボンド磁石21を得る。なお、樹脂硬化のための加熱は、上記加圧成形中に行ってもよい。この方法によれば、得られるボンド磁石中の磁石粉末の密度を高くでき、小型モータ用の高性能リング磁石等を製造するのに適している。

【0043】一方、射出成形による場合は、まず、ナイロン樹脂等の熱可塑性樹脂を磁石粉末に対し、圧縮成形の場合よりやや多い量、例えば $10 \sim 30$ 重量%程度添加し、これを混練して成形用のコンパウンドを作製する。そして、図2(c)に示すように、このコンパウンドを加熱軟化させ、所定の成形機を用いて金型15のキャビティ25aにこれを射出成形することにより、所望の形状のボンド磁石21を得るものである。この方法により得られるボンド磁石は、磁石粉末密度がやや低いため、性能は圧縮成形によるものに及ばないが、多様で複雑な形状の磁石を容易に製造できる利点があり、モータスピンドル等の付属部品を上記コンパウンドとともに一体成形することもできる。なお、図2(c)は、上記のような方法により得られたリング状ボンド磁石を示す。このリング状磁石は、例えばラジアル着磁されてモータロータあるいはステータとして利用されるものである。

【0044】なお、上記のような等方性磁石粉末を熱間据え込み加工した後これを粉碎する等の方法により、異方性磁石粉末を得ることもできる。この場合、この異方性磁石粉末を磁界中にて配向成形するようにすれば、異方性磁石を得ることができる。

【0045】図3に示すように、上記のようにして得られたボンド磁石21(磁性部材)は、すでに詳しく説明した本発明の磁性素材用処理剤30を塗布することにより、コーティング被膜をその表面に形成することができる。図5は、ゾルゲル法によるコーティング工程の一例を示す流れ図である。まず、有機溶媒としてエタノール(本実施例では $50 \text{ ml}$ )中に、所定量(例えば $0.05 \text{ mol}$ )の金属アルコキシド(本実施例ではテトラエチルオルソシリケート( $\text{Si}-(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ))を所定量を分散混合する。この混合液(金属アルコキシド含有溶液)を攪拌後、適宜安定剤(例えば、トリエタノールアミン)を添加し、さらに加水分解触媒(本実施例で

は1%NH<sub>4</sub>OH a q 4 m l) を徐々に加え、室温にて所定時間(例えば1時間)攪拌することによりゾル状の処理剤30が得られる。

【0046】処理剤30のボンド磁石21への塗布方法としては、例えば、図3(a)に示すように、ボンド磁石21を処理剤30中に浸漬して引き上げる方法のほか、スプレー噴霧する方法など、各種採用することができる。さらに、多数のボンド磁石21に一度に均一に塗布を行いたい場合には、図3(b)に示すように、壁部が液通に構成されたバレル31中にボンド磁石21を入れ、これをモータ32等により処理液30中にて回転させる方法が便利である。

【0047】上記のようにして処理剤30を塗布したボンド磁石は、例えば室温にて残留溶媒分をある程度蒸発させた後、図4(a)に示すように、乾燥機F1中で昇温乾燥したり、熱風HWの吹き付けにより乾燥することにより、図4(c)に示すように、コーティング前のボンド磁石を本体25aとして、その全面にコーティング被膜25bが形成されたコーティング被膜付ボンド磁石(磁性部材)25が得られる。

【0048】上記のようにして形成されるコーティング被膜25bは、例えば図6(a)に模式的に示すような構造を有しているものと推測される(本図において分子式は模式的に示したものであって、該分子式が示す特定の構造を限定的に有していることを意味するものではない)。すなわち、金属アルコキシドの金属系成分に由来する金属酸化物的な無機原子団3(本実施例の場合、SiO<sub>2</sub>、あるいはZrO<sub>2</sub>)や、アルコキシド成分に由来する有機原子団2(炭素含有成分:CnHm等)が混在したハイブリッドな構造を有しているものと考えられる。また、完全に加水分解されずに金属アルコキシドの状態に残存しているものも含まれていることもありうる。このような被膜をX線光電子分光法(XPS)で分析すれば、金属系成分は、主に正の価数を示す側にケミカルシフトが観察されるカチオン成分として検出され、酸素は逆に負の価数を示す側にケミカルシフトが観察されるアニオン成分として検出される。また、炭素成分は、有機分子的な残留形態に対応して、CH<sub>3</sub>-あるいは-CH<sub>2</sub>-などの有機結合状態を形成したものであることが、XPS分析により確認できる。さらに、被膜に対してX線ディフラクトメータ法にて分析すれば、ハローパターンが観察され、かつ特定の結晶構造を反映した回折ピークが観察されない、非晶質状の状態になっていることが確認できる。

【0049】上記のようなコーティング被膜を形成することにより、無機原子団3はボンド磁石21に対して耐腐食性や防錆性(あるいは耐衝撃性や耐摩耗性)を付与する役割を果たす。また、有機原子団2はボンド磁石中の樹脂成分との親和性が高く、被膜の密着性を高める役割を果たす。さらに、有機原子団2の構成によっては撥

水性、ひいては防塵性や防汚性を付与することもできる。なお、有機成分2をコーティング被膜中に残存させるためには、ゾルゲル法によりコーティングする際の加熱処理温度を、例えば150~250℃程度の低温に行うことが望ましい。該温度範囲は、Nd-F e-B系磁石の磁気特性の低下を生じにくい、という点でも好都合である。

【0050】上記コーティング後のNd-F e-B系ボンド磁石を、恒温恒湿槽中に挿入し、80℃×95%RHの条件にて500時間放置したところ、目視による錆び等の発生は見られず、磁気特性の低下も見られなかった。

【0051】次に、コーティング被膜中には、樹脂成分を分散・複合化させることも可能である。この場合の処理剤30は、例えば以下のように調製できる。すなわち、有機溶媒としてエタノール(本実施例では20m l)中に、所定量(例えば0.05m o l)の金属アルコキシド(本実施例ではテトラエチルオルソシリケート(Si-(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>))を所定量を分散混合する。この混合液(金属アルコキシド含有溶液)を攪拌後、適宜安定剤(例えば、トリエタノールアミン)を添加し、さらに加水分解触媒(本実施例では1%NH<sub>4</sub>OH a q 4 m l)を徐々に加える。続いての所定量の溶媒(本実施例ではエチルベンゼン30m l)に、所定量の液状(未硬化)樹脂(本実施例では、粘度1000c p sのシリコーン樹脂1.0g)を配合した液を、上記金属アルコキシド含有溶液に混合した後、室温にて所定時間(例えば1時間)攪拌することによりゾル状の処理剤30が得られる。

【0052】これにより、図6(b)に示すように、樹脂成分5が均一に分散・混入されたコーティング被膜が得られる。このような樹脂の添加によって、例えばコーティング被膜の表面エネルギーを低下させることができ、高い撥水性を付与することが可能である。したがって、被処理金属4に対して防塵性、防汚性を付与することができ、また、腐食反応の核となり得る結露による水分や汚れの付着を極力低下させることが可能となり、結果として、ボンド磁石の耐腐食性、防錆性がさらに向上する。

【0053】以上、本発明の実施例をNd-F e-B系ボンド磁石を例にとって説明したが、本発明の適用対象となる磁性材料はこれに限られるものではなく、例えばNd-F e-B系焼結磁石、Sm-F e-N系ボンド磁石(例えば、特開平9-190909号公報等に開示されたTh<sub>2</sub>Zn<sub>17</sub>型構造の磁石粉末を利用するもの)等にも同様に適用できる。また、ボンド磁石粉末そのものを磁性素材としてこれに上記処理液を用いてコーティングを行い、その後これをボンド磁石に成形するようにしてもよい。これにより、ボンド磁石の耐腐食性をさらに向上させることが可能である。

10

20

30

40

50

【0054】（実施例2）以下のような各種ボンド磁石の試験品を作製した。

・試験品A：テトラエトキシシラン（ $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ）0.05モルを50mlのエタノールに加えて攪拌溶解させた後、0.1%水酸化アンモニウム水溶液を4ml添加して加水分解縮重合反応を行い、溶液Xを得た。他方、ベンジルトリエトキシシラン（ $\text{C}_6\text{H}_5\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ）0.01モルを50mlのエタノールに加えて攪拌溶解させた後、0.1%水酸化アンモニウム水溶液を4ml添加して加水分解縮重合反応を行なった溶液Yを別途作製し、これを前記の溶液Xに添加して攪拌することにより、コーティング用の処理剤①を得た。この処理剤①に、リング状のNd-Fe-B系ボンド磁石（Nd-Fe-B系ボンド磁石用の粉末（General Mortors製の等方性急冷ボンド磁石粉末を、エポキシ樹脂により結合した加圧成型型リング磁石：以下も同様）を所定時間浸漬し、処理剤を浸透させた後引き上げて、これを150℃にて15分乾燥し、コーティング被膜付きのボンド磁石を得た。

・試験品B：キシレン50ml中にポリスチレン樹脂10gを加え、室温にて約1時間攪拌溶解した溶液に、ベンジルトリエトキシシラン（ $\text{C}_6\text{H}_5\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ）を4g添加・攪拌して、スチレン樹脂を複合化させたコーティング用の処理剤②を得た。この処理剤②に、リング状のNd-Fe-B系ボンド磁石を所定時間浸漬し、処理剤を浸透させた後引き上げて、これを150℃にて15分乾燥し、コーティング被膜付きのボンド磁石を得た。

・試験品C：n-ブタノール50mlにテトラエトキシシラン10.4gと、ベンジルトリエトキシシラン2.5gと、メチルトリエトキシシラン（ $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ）2.5gとを添加して攪拌混合し、この溶液にポリビニルアルコール（PVA）を予め溶解させた

アンモニア0.05%水溶液を6ml添加して攪拌して、コーティング用の処理剤③を得た。この処理剤③に、リング状のNd-Fe-B系ボンド磁石を所定時間浸漬し、処理剤を浸透させた後引き上げて、これを150℃にて15分乾燥し、コーティング被膜付きのボンド磁石を得た。なお、比較用の試験品として、コーティングを施さないボンド磁石も用意した。

【0055】上記の試験品を水道水に浸漬して、25℃の恒温室内にて24時間放置したところ、比較用試験品には全面に赤錆が発生していたが、試験品A～Cはいずれも異常は見られなかった。また、各試験品を、80℃×95%RHの恒温恒湿槽内に放置したところ、比較用試験品は24時間後に赤錆の発生が見られたが、試験品A～Cはいずれも、500時間まで経過しても異常は見られなかった。

【図面の簡単な説明】

【図1】ボンド磁石の製造方法の一例を示す工程説明図。

【図2】図1に続く工程説明図。

【図3】得られたボンド磁石に処理剤を塗布する工程を変形例とともに示す模式図。

【図4】コーティング被膜を形成するための乾燥工程及びその変形例と、コーティング被膜付きボンド磁石の断面構造を示す模式図。

【図5】本発明の処理剤を永久磁石部材にコーティングする方法を模式的に示した図。

【図6】コーティング被膜の分子レベルの構造を、その変形例とともに模式的に示した図。

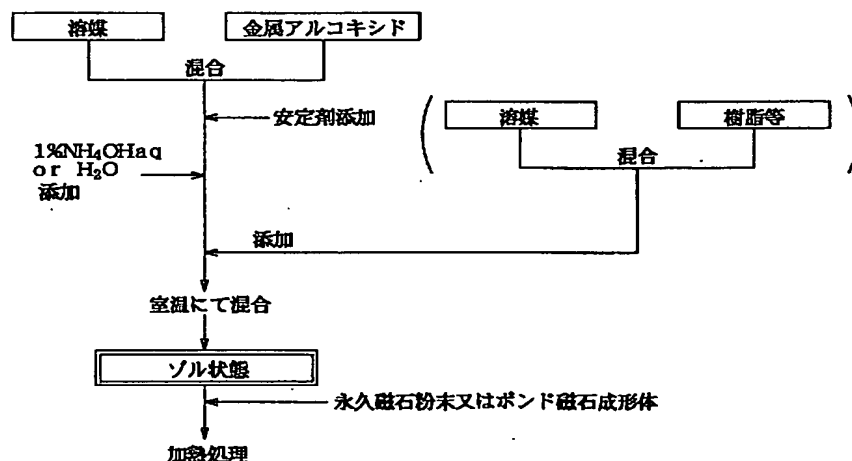
【符号の説明】

21 ボンド磁石

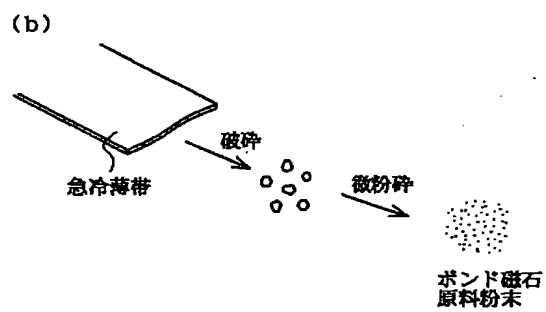
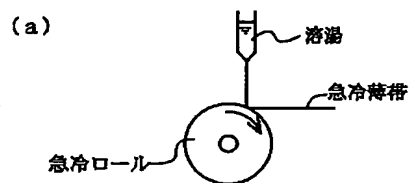
25 コーティング被膜付ボンド磁石

25b コーティング被膜

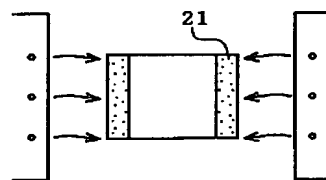
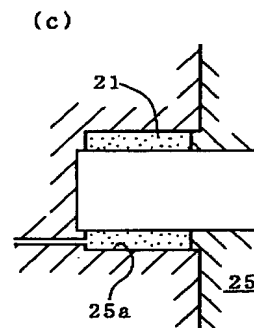
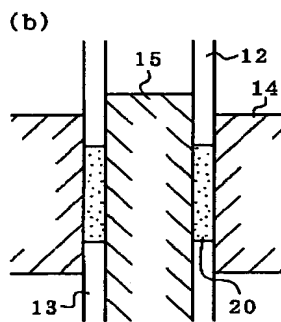
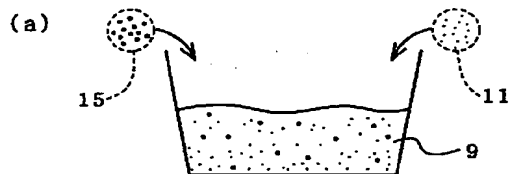
【図5】



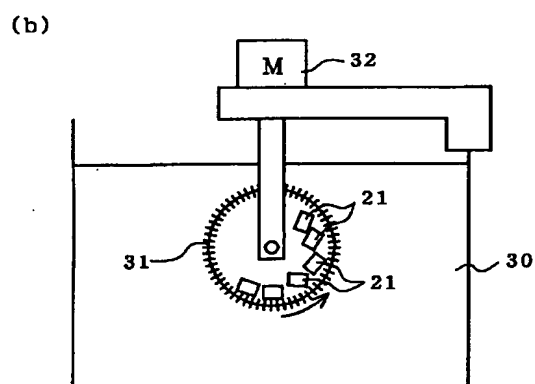
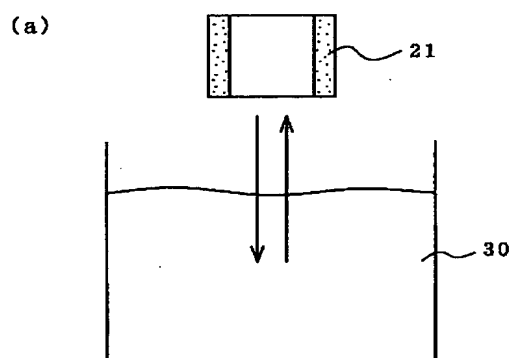
【図1】



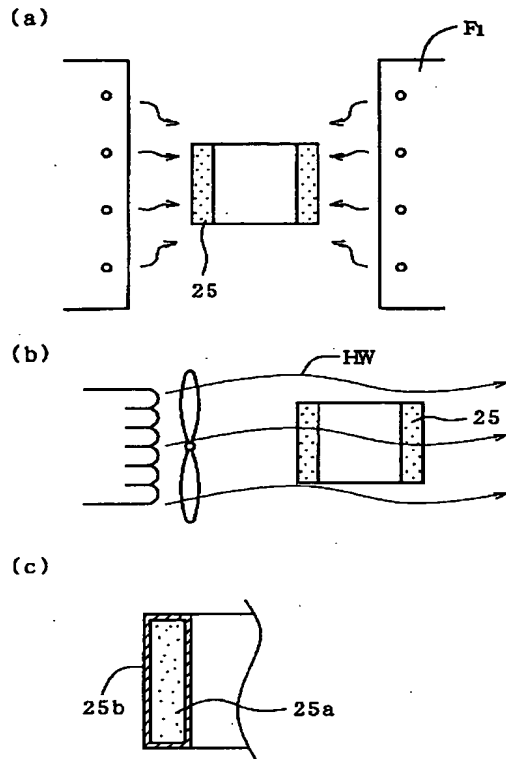
【図2】



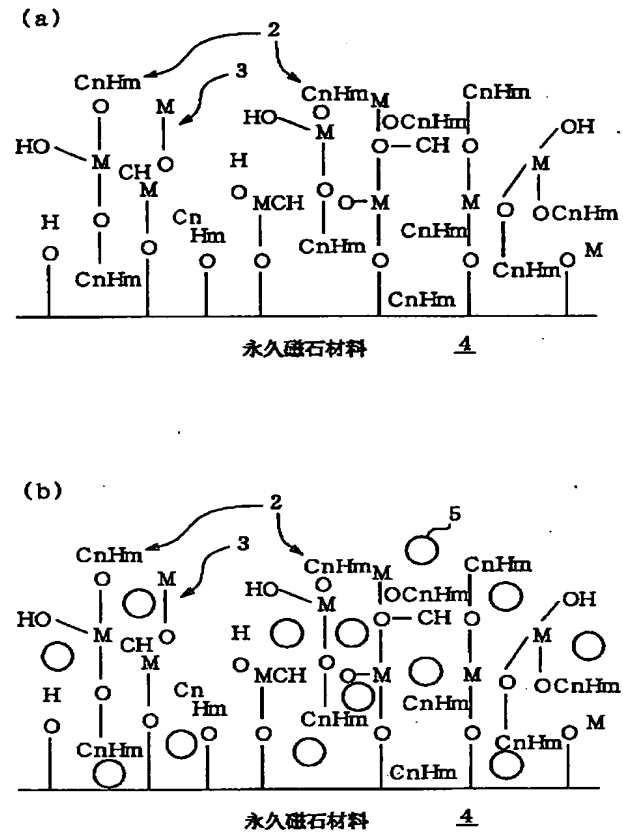
【図3】



【図4】



【図6】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

H 0 1 F 1/08

識別記号

F I

H 0 1 F 1/08

タームコード\* (参考)

A

(72) 発明者 伊藤 寿国

愛知県名古屋市昭和区高辻町11番15号 石  
塚硝子株式会社内

F ターム(参考) 4D075 CA24 CA33 CA36 DB01 DC19

EA12

4J038 BA242 CC032 CD122 CE022

CG002 CL011 DB002 DG002

DL021 DL032 KA06 MA07

MA10 NA03 NA07 PA18 PB11

PC02

4K022 AA02 AA13 AA44 BA02 BA04

BA20 BA22 BA26 BA28 BA33

DA06

4K062 AA01 BB03 BC08 BC09 BC12

BC15 BC16 FA09 GA06

5E040 AA03 AA04 AA19 BB03 BC01

BC05 CA01 HB14